

電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡を用いた 半導体レーザの解析

Analysis of Semiconductor Laser Diode Using Off-axis Electron Holography and Lorentz Microscopy

佐々木 宏和^{*1}
Hirokazu Sasaki

大友 晋哉^{*2}
Shinya Otomo

湊 龍一郎^{*3}
Ryuichiro Minato

吉田 順自^{*4}
Junji Yoshida

〈概要〉

透過型電子顕微鏡の手法の一つである電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡を用いて、GaAs (ガリウムヒ素) のモデル試料の観察と半導体レーザの解析を行った。電子線ホログラフィ観察では、pn接合のみならず、異なるドーパント濃度領域である 1×10^{19} と 1×10^{18} cm⁻³ の界面と 1×10^{18} と 1×10^{17} cm⁻³ の界面を観察することができた。また、半導体レーザの解析事例について紹介し、これらの手法が実用的に用いられていることを示した。

1. はじめに

光通信製品の基幹部品である半導体レーザなどの半導体デバイスを開発・製造するうえで、設計とおりに作製されているか否かを確認することは必須である。半導体デバイス構造を高倍率で観察する手法としては、TEM (透過型電子顕微鏡法: Transmission Electron Microscopy) が用いられており、研究開発のみならず、製品管理でも活用されている。明視野像、暗視野像、STEM (走査透過電子顕微鏡法: Scanning Transmission Electron Microscopy) などの通常のTEMでは、結晶の配向、転位、原子配列などの情報を実空間で観察することができ、半導体デバイスの微細構造を解析することができる。しかしながら、これらのTEMでは、物質中の電位分布観察は容易ではない。一方、半導体デバイスでは電位分布をナノスケールで設計しており、品質管理のためにも、半導体中の電位を高空間分解能で、2次元で評価する手法が必要である。2次元電位分布評価手法としては、SEM (走査型電子顕微鏡法: Scanning Electron Microscopy)¹⁾、AES (オージェ電子分光法: Auger Electron Spectroscopy)²⁾、SCM (走査型静電容量顕微鏡法: Scanning Capacitance Microscopy)³⁾、TEMの一手法である電子線ホログラフィなどがある。ここで、これらの手法の比較は割愛するが、半導体デバイスの開発・製造の現場では、各手法を解析目的に応じて使い分ける必要がある。弊社では、ファインセラミックスセンター⁴⁾・ナノ構造研究所と電子線ホログラフィ及びローレンツ顕微鏡法を用いた化合物半導体観察

の研究を継続しており、本論文では、その成果の一部について紹介する。

2. 電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡法による半導体観察

2.1 電子線ホログラフィ

干渉縞から波面を再生する方法、すなわちホログラフィを最初に発明したのは、Gaborである⁵⁾。彼は、ホログラフィを用いて電子顕微鏡の収差を補正することを考えたが、当時は干渉性の高い電子線を作ることができず、電子線によるホログラフィは実現しなかった。その後の電子銃の発展により、外村らは⁶⁾、一光束の電子線ホログラフィを実現し、Möllenstedt⁷⁾により発明された電子線バイプリズムにより、二光束の電子線ホログラフィが実現した。その後、測定装置の改良とともに、磁性体中の磁場分布や、超電導の磁束量子の観察などの磁場観察の目覚ましい研究成果が報告された⁸⁾。

電子線ホログラフィの実験では、電子線を2分割するのにバイプリズムを用いる(図1)。これは電子線の通り道に設置された一対の接地電極と電圧を印加する非常に細い導電性のワイヤより構成される。このワイヤに電圧を印加し、その両側の電子線を引き寄せるように曲げることによって電子線の干渉を起こす。これで得られた干渉縞をホログラムといい、CCD (電荷結合素子: Charge Coupled Device) カメラやフィルムで撮影する。

*1 研究開発本部 先端技術研究所

*2 戦略本部 経営企画室

*3 研究開発本部 情報通信・エネルギー研究所

*4 ファイナル製品事業部門 半導体デバイス部

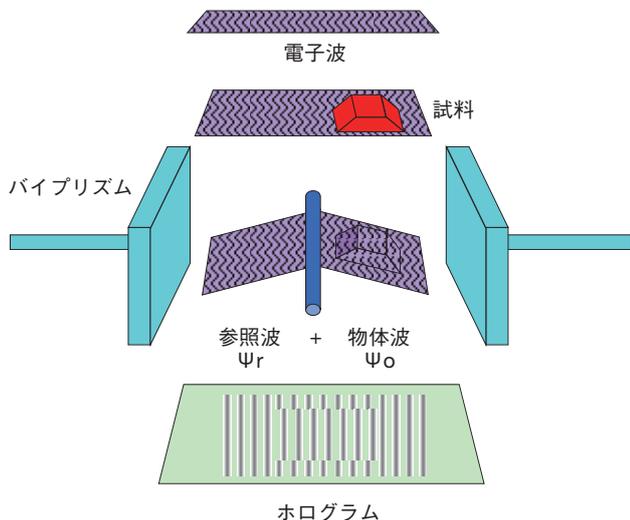


図1 電子線ホログラフィの構成
Schematic illustration of electron holography.

干渉縞を解析することにより、電子の位相と振幅の情報を得ることが可能である⁹⁾。電子の振る舞いは、シュレディンガー方程式を解くことによって記述される。図1の実験系において、WKB近似により電子の波動関数の位相変化を算出すると、下記の(1)式で表せる。

$$\Delta\phi = \oint_C \left(k + \frac{V}{2E}k - \frac{eA}{\hbar} \right) ds \quad (1)$$

ここで、 k は波数ベクトル、 e 、 $\Delta\phi$ は電子の電荷、位相である。 \hbar はディラック定数、 E は電子のエネルギー、 A はベクトルポテンシャル、 V はスカラーポテンシャルである。右辺の第1項は光路差による位相変化を表している。第2項は電位による位相の変化を表している。物体が電子軌道に置かれている系では、この物体の内部電位が表現される項である。第3項はベクトルポテンシャル A による項であり磁束が反映される。この式より、波動関数の位相変化として、電子軌道に置かれた試料の内部電位の変化及び電子軌道に囲まれた面を貫く磁束が観察される。

2.2 電子線ホログラフィによる半導体電位分布観察

電子線ホログラフィを用いれば、半導体中の電位分布が観察できる。(1)式の電位の項のみを抜き出し、電子の透過方向に対して試料中の電位分布が一定である場合は、試料中の電位は(2)式により電子の位相差として表すことができる。

$$\Delta\phi = \frac{\pi}{\lambda E} Vt \quad (2)$$

ここで、 λ は電子の波長、 E は電子線のエネルギーによって決まる定数である。また、 t は試料の厚さ、 V は電位を表している。(2)式からTEM試料膜厚が一定であれば、位相分布を検出することにより、電位分布を解析できることが理解できる。したがって、均一なTEM試料を作製することが、電子線ホログラフィの半導体観察においては必要となる。

電子線ホログラフィ法による半導体の観察は、1985年にポローニャ大学のFrabboniらによって、初めて成功した¹⁰⁾。彼

らの実験では、Si(シリコン)のpn接合に電圧を印加し、その周囲に発生する電界を観察した。その後、同じFrabboniらは、電圧印加したSiのpn接合部の電位分布観察に成功した¹¹⁾。彼らの研究が、電子線ホログラフィで半導体中の電位変化を観察した最初の研究である。電圧を印加せずに半導体内部のpn接合の観察を行ったのは、McCartneyらである¹²⁾。彼女らは、試料をイオンミリング法で作製しており、TEM試料膜厚は均一ではない。しかしながら、振幅像から求めた膜厚値で補正を行うことにより膜厚変化の影響を低減し、pn接合の観察に成功している。

電子線ホログラフィで実用的な半導体デバイスを観察したのは、1999年のRauらの実験が最初である¹³⁾。彼らのMOSFET(金属酸化半導体電界効果型トランジスタ: Metal-Oxide-Semiconductor Field Effect Transistor)の観察は、FIB(集束イオンビーム: Focused Ion Beam)を用いずに機械研磨とAr(アルゴン)ミリングのみで均一なTEM試料膜厚の試料を作製している。その後、Dunin-Borkowskiらが、TEM試料に電圧を印加させてpn接合での電位差の変化を観察した¹⁴⁾。FIBを用いてTEM試料を作製し、SiのMOSFETの観察に成功したのはWangらである¹⁵⁾。FIBは、Arイオンミリング法と比較して、均一な厚さのTEM試料を再現性よく作製することができるため、位相像から電位分布を容易に作成できる。また、特定領域の場所のTEM試料を作製できるため、動作不良のデバイスを選択的に観察可能である。

以上に示した半導体の観察事例は全てがSi半導体に関するものである。筆者らは化合物半導体についての電子線ホログラフィ法を開発し、FIBダメージ層の除去を行うことにより^{16), 17)}、GaAs中のpn接合だけではなく、ドープ濃度の異なる領域も明瞭に区別することができている^{18), 19)}。近年では、FIBにより形成されるinactive layerの低減²⁰⁾、3次元観察²¹⁾、分離照射電子線ホログラフィによる観察²²⁾が報告されており、今日も発展し続けている研究分野である。

2.3 ローレンツ顕微鏡法による半導体観察

ローレンツ顕微鏡法は、試料中で発生する磁場や電界に伴うローレンツ力により偏向された電子を用いて、磁場や電界の分布を観察する手法である。主に磁性材料の解析で活用されており、有名な実験結果として磁束量子のローレンツ顕微鏡による動的観察がある²³⁾。ローレンツ顕微鏡法は、電子線ホログラフィに用いるバイプリズムなど特別な装置を必要とせず、Fresnel法ではTEM観察の際にデフォーカスすればよい。そのため、電子線ホログラフィと比較して観察が容易である。

ローレンツ顕微鏡でpn接合を観察したのは、Merliらが最初である^{24)~26)}。この実験ではTEM試料はFIBを用いずに作製しているので、TEM試料膜厚は均一ではないものの、明瞭に観察している。Siのpn接合のローレンツ顕微鏡観察の定量的な考察は、Twitchettらにより議論されている²⁷⁾。FIBを用いて試料作製しているので、様々なTEM試料膜厚の観察を試みている。彼女らの実験によると、Siの場合、TEM試料膜厚が300 nmの時にpn接合のコントラストが最大になると結論づけている。

次に、電界中を電子が通過する際のローレンツ顕微鏡のコントラスト発生原理について簡単に紹介する。図2に、pn接合

のあるTEM試料を電子が通過する模式図を示す。pn接合で電界が発生しているため、試料を透過した電子はn側に曲げられる。したがって、試料の下では透過した電子はn側に多く集まり、白黒のコントラストがpn接合部に沿って観察されることになる。オーバーフォーカス像では、試料のn側に明るい線が現れ、p側は暗い線が現れる。アンダーフォーカスの場合は、オーバーフォーカスの場合と逆のコントラストが現れる。

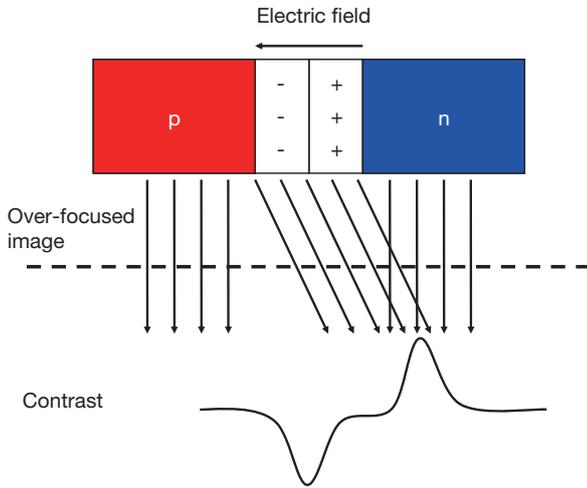


図2 pn接合のあるTEM試料を電子が通過する模式図(ローレンツ力によりpn接合を通過する電子は片方に曲げられる)
Schematic of the electron path through a p-n junction. (The electric field near a p-n junction deflects the electrons in one direction by Lorentz force.)

3. モデル試料の観察²⁸⁾

3.1 TEM試料作製と観察方法

電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡を半導体デバイスに活用するための基礎実験として、モデル試料を作製し、各手法の検討を行った。GaAsを用いて、pn接合を作製し、p領域とn領域それぞれでドーパント濃度を変化させている。変化の幅は、 10^{15} cm^{-3} から 10^{19} cm^{-3} であり、ドーパントを200 nm長で一桁ずつ変化させた。なお、使用したドーパントは、n領域はSiであり、p領域はZn(亜鉛)である。

TEM試料作製に用いたFIBはSMI3050TBである。評価するpn接合がGaイオンビームの方向に平行になるように、図3に示すような試料配置で最終加工を行った。TEM試料膜厚がGaイオンビーム方向に多少変化することは避けられないので、このような配置にすることによりpn接合の垂直方向に対しては、ほぼ均一なTEM試料膜厚となり得る。したがって、式(2)で示される膜厚tが変化する影響を低減でき、位相変化は電位変化にほぼ比例すると考えてよい。TEM試料膜厚は400 nmとなるように最終加工を行った。最後に、FIBダメージの除去として、加速電圧1 kVのArイオンビームを5分間照射した。図3の配置では、Arイオンビームを左斜めから照射しているので、試料支持台が障壁となってArイオンビームで削れない場所があり、削れた場所との境界に段差が形成されている。

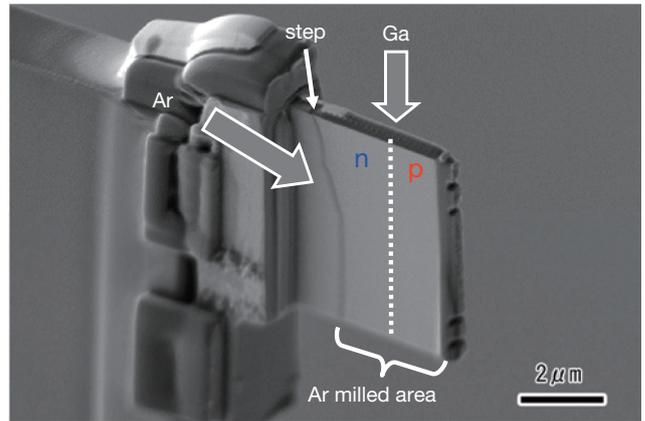


図3 GaイオンビームとArイオンミリングにより加工したTEM試料のSEM像
SEM image of TEM specimen after Ga ion beam and Ar ion milling.

電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡観察は、JEOL-3100Fを用いた。電子の加速電圧は300 kVである。電子線ホログラフィ観察では、13枚の干渉縞を取得し、位相再生手法として、高空間分解能かつ高精度である位相シフト法を用いた²⁹⁾。

3.2 結果と考察

ローレンツ像に強度プロファイルを重ね合わせた結果を図4に示す。アンダーフォーカスとオーバーフォーカスで、それぞれデフォーカス値を、0.6 mm, 1.4 mm, 2.9 mmとして撮影した。pn接合は全ての像で明瞭に観察できている。一方、異なるドーパント濃度領域の界面は、0.6 mmデフォーカス像では、観察できない。1.4と2.9 mmデフォーカス像では、図中の矢印に示すように僅かにコントラストが観察できる。n領域では、 1×10^{19} と $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ の界面と、 1×10^{18} と $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ の界面が観察できている。p領域では、 1×10^{19} と $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ の界面は観察できるが、 1×10^{18} と $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ の界面は観察できなかった。

図5に位相シフト法で再生した電子線ホログラフィの位相像を示す。pn接合は明瞭に観察されており、複数の異なるドーパント領域の界面が観察できている。位相像を詳細に評価するため、図6に示すように平均位相プロファイルを作成した。図6(a)、図6(c)にp領域とn領域のそれぞれの平均位相プロファイルを示す。図6(b)と図6(d)に、平均位相プロファイルに対応したSIMS(二次イオン質量分析法:Secondary Ion Mass Spectrometry)結果を示す。図6(b)はドーパントであるZnの深さ方向分析結果であり、図6(d)はSiの深さ方向分析結果である。

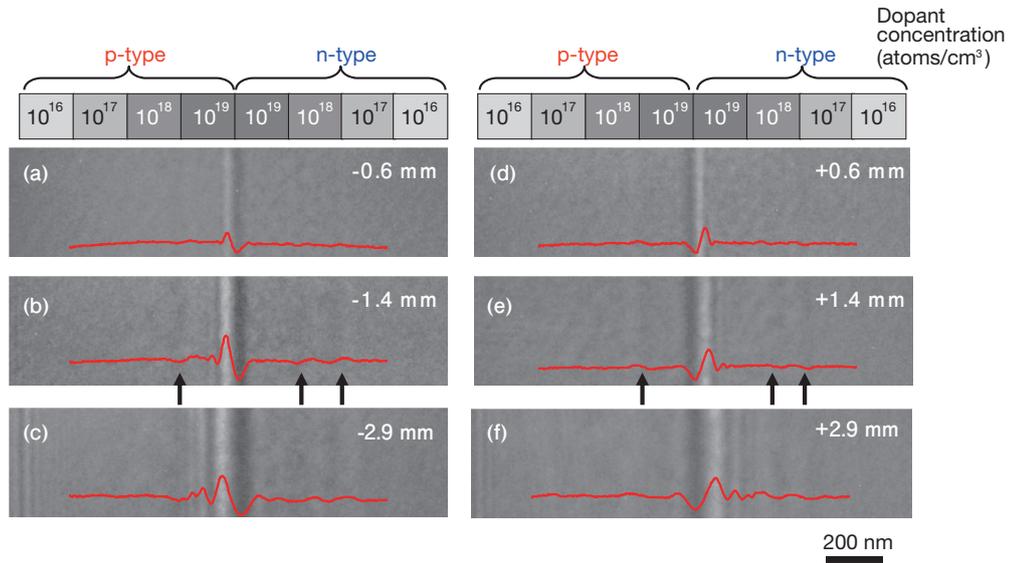


図4 階段状にドーパントが分布しているGaAsモデル試料のローレンツ顕微鏡像
 (a)~(c) アンダーフォーカス像 (d)~(f) オーバーフォーカス像
 Observation of GaAs with step-like dopant concentration.
 (a)~(c) Under-focused images. (d)~(f) Over-focused images.

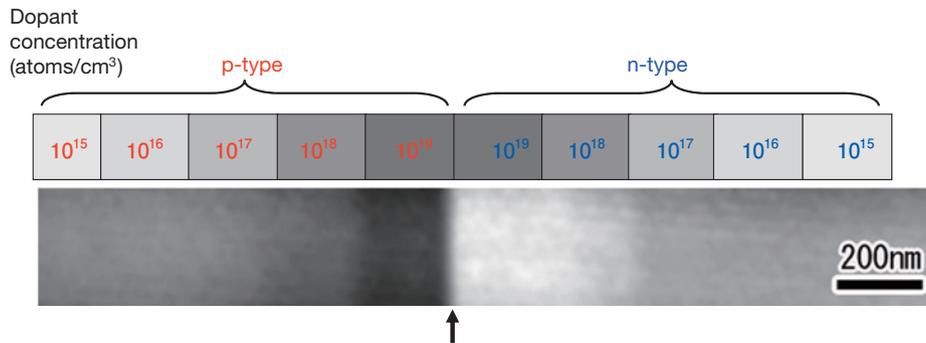


図5 位相シフト法で再生したGaAsモデル試料の位相像
 Phase image of GaAs specimen reconstructed by phase-shifting method.

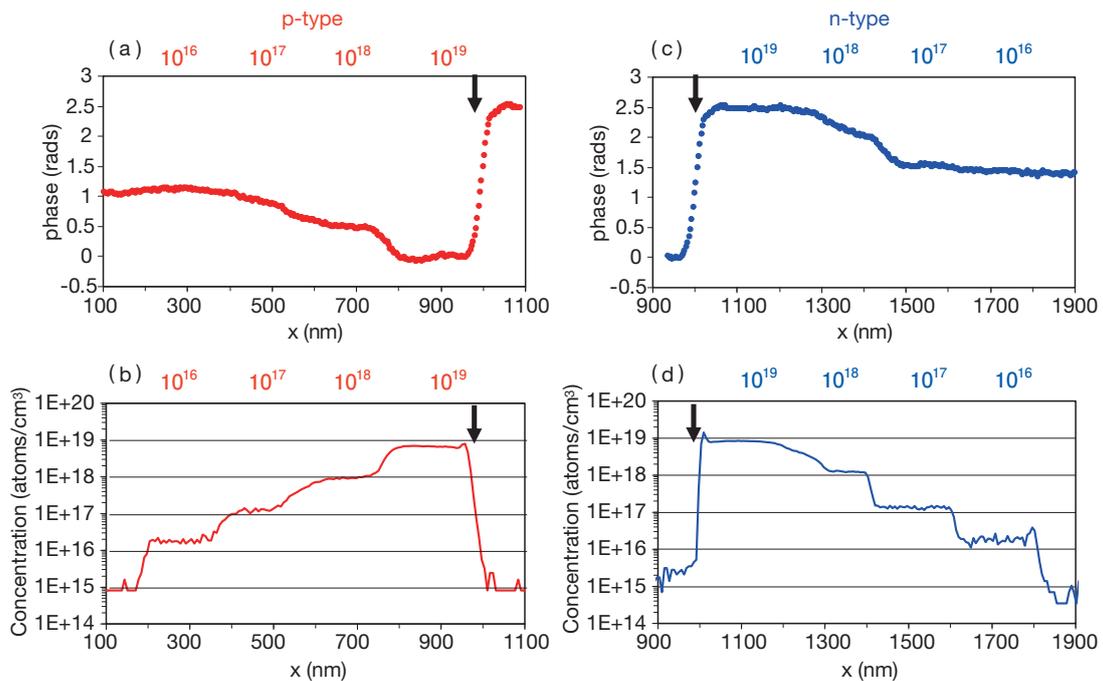


図6 (a) p領域の位相像の位相プロファイル (矢印がpn接合部分) (b) SIMSによるZn分布
 (c) n領域の位相像の位相プロファイル (d) SIMSによるSi分布
 (a) Line profile of phase image in p-type region. (The arrows indicate a p-n junction.) (b) Zn SIMS profile.
 (c) Line profile of phase image in n-type region. (d) Si SIMS profile.

ここで、p領域について、位相プロファイルとSIMS結果を比較すると、いずれも 1×10^{19} と 1×10^{18} cm⁻³の界面は同じ形状のプロファイルをしている。 1×10^{18} と 1×10^{17} cm⁻³の界面は、SIMS結果によるとドーパントが急峻な階段状に変化していない。そのため位相プロファイルでも緩やかな変化となっている。ローレンツ顕微鏡で、 1×10^{18} と 1×10^{17} cm⁻³の界面が観察できなかったが、この緩やかなドーパント変化のために電位変化も急峻ではなく、この界面で発生する電界が弱いことが原因である。

次に、n領域について、位相プロファイルとSIMS結果を比較する。位相プロファイルでは、 1×10^{19} と 1×10^{18} cm⁻³の界面は急峻ではなく、明確に界面を判別できない。同様の界面のSIMS結果を見ると、位相プロファイルと同様に急峻ではなく、緩やかに変化している。したがって、位相プロファイルはSIMSの結果を反映していることが分かる。これらより、異なるドーパント領域の界面の急峻性の評価に電子線ホログラフィが活用できることが理解できる。位相像において、 1×10^{18} と 1×10^{17} cm⁻³の界面は明瞭であるが、これはSIMS結果から分かるようにドーパント濃度の急峻な変化が原因である。ドーパント変化の急峻性が高いために、ローレンツ顕微鏡でも、 1×10^{18} と 1×10^{17} cm⁻³の界面は観察されている。

また、 1×10^{17} cm⁻³以下の濃度領域では位相プロファイルは、ほぼ一定となっている。これは、TEM試料表面に形成されるinactive layerやTEM試料内部の空乏化が原因であると考えられる。

なお、この位相プロファイルの定量的な解釈や、FIBイオンビームによりTEM試料表面に形成されるinactive layerについては、別途詳細に議論しているので参考にされたい²⁸⁾。

4. 半導体レーザの観察

4.1 TEM試料作製と観察方法

観察した半導体レーザは埋め込み構造であり、MOCVD(有機金属気相成長法: Metal Organic Chemical Vapor Deposition)を用いて作製した。半導体材料は主にInP(インジウム燐)で構成されている。TEM試料作製に用いたFIBはSMI3050TBであり、TEM試料膜厚は約300 nmとした。FIBのダメージ除去方法として、窒素冷却したTEM試料に、加速電圧1 kVのArイオンビームを15分間照射した。

電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡観察は、Cold FE電子銃を搭載した日立HF-3300を用いた。電子線の加速電圧は300 kVである。位相像の再生はフーリエ変換法を用いた。

4.2 観察結果

図7にインフォーカス像とローレンツ顕微鏡法によるデフォーカス像を示す。デフォーカス値は、アンダーフォーカス像及びオーバーフォーカス像の何れも6.7 mmである。インフォーカス像では、活性層が観察されているが、pn接合は現れていない。アンダーフォーカス像とオーバーフォーカス像では、明瞭に明るい線と暗い線がペアになっている線が観察される。この二つの像で、明るい線と暗い線が反転していることから、pn接合であることが理解できる。このようなローレンツ顕微鏡観察は容易ではあるものの、デフォーカスするため原

理的に空間分解能は高くない。活性層の両側でpn接合が複雑に曲がっているが、拡大したとしても微細なpn接合の2次元分布を詳細に観察することはできない。

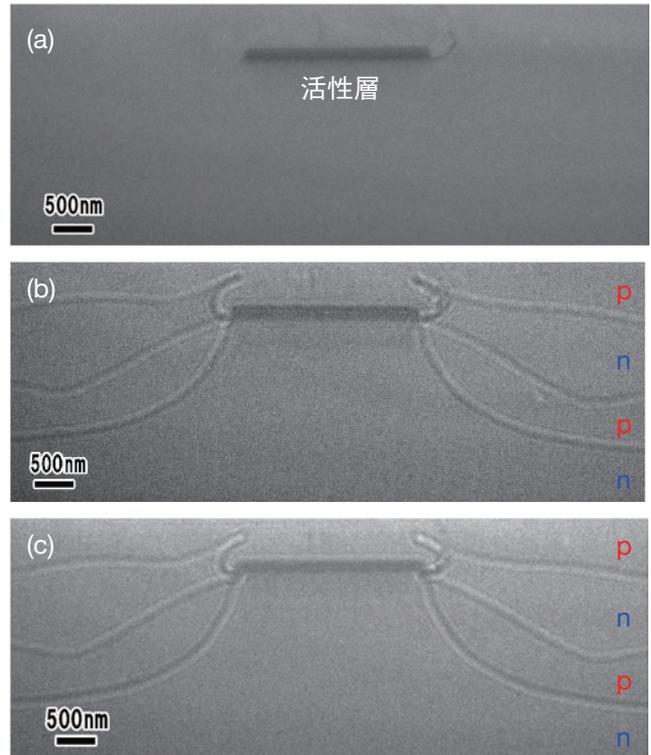


図7 ローレンツ顕微鏡による半導体レーザの観察
(a) インフォーカス像 (b) アンダーフォーカス像
(c) オーバーフォーカス像
Observation of semiconductor laser diode using Lorentz microscopy.
(a) Infocus image. (b) Under-focused images.
(c) Over-focused images.

図8に電子線ホログラフィによる位相像を示す。図8(a)の観察条件は、観察領域が広い干渉縞を用いており、干渉領域は約5 μmである。干渉縞の間隔は約30 nmである。フーリエ変換法を用いて再生していることから、空間分解能は干渉縞間隔の約3倍であり、100 nm程度となる。ローレンツ顕微鏡像と同様にpn接合は明瞭に観察できている。また、n型のドーパントが高濃度に存在する領域も周囲と異なるコントラストとして現れている。

次に、活性層付近のpn接合を高い空間分解能で観察するため、干渉縞条件を変更して撮影した。図8(a)の点線で囲った部分を拡大するように観察した位相像を図8(b)に示す。干渉領域は約1.5 μmであり、干渉縞間隔は5 nmであることから、空間分解能は約15 nmである。この位相像から分かるように、図8(a)の位相像やローレンツ顕微鏡と比較して、高い空間分解能で詳細な構造が観察できていることが分かる。ここで、設計上のpn接合は点線で描かれた場所であったが、電子線ホログラフィ観察の結果より、本来の位置に存在していなかったことが判明した。また、矢印の位置でn領域同士が接合していることが確認できた。この半導体レーザは、所望の出力特性が出なかったものであるが、この観察で判明したpn接合の構造上の欠陥が要因であると考えられる。

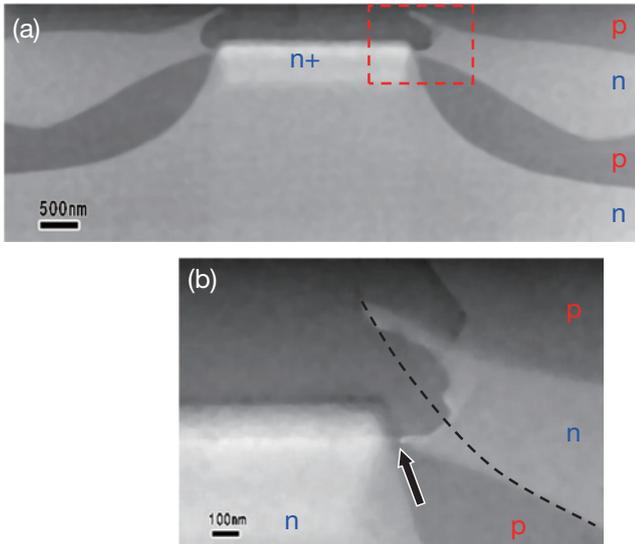


図8 (a) 半導体レーザの電子線ホログラフィによる位相像
(b) 図8(a)の点線部分を拡大した位相像(点線部分が設計上のpn接合)
(a) Phase image of semiconductor laser diode using electron holography.
(b) Enlarged phase image from dashed frame in Fig. 8(a). (Designed location of p-n junction was at dashed line.)

5. 半導体観察における電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡の相補利用

上述してきたように、電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡は、一長一短があり観察目的に応じて使い分ける。ローレンツ顕微鏡の利点としては、バイプリズムが不要であり測定が容易であることが挙げられる。また、電子線ホログラフィと異なり、観察視野の近くに真空領域は必要ない。電子線ホログラフィの場合は、参照波の通過領域は、観察視野の近くに存在する必要があるため、観察場所がTEM試料の端になるようにFIBで試料作製する必要がある。問題は、観察するデバイスによっては、このFIB試料作製が容易ではない場合がある。また、電子線ホログラフィは、所望の観察領域と空間分解能を得るためには、適切な干渉条件を選択しなければならず、装置によっては適切な観察条件を作ることができない場合がある。一方、ローレンツ顕微鏡は、通常のTEMと同じように、電子顕微鏡の拡大レンズの励磁を変化させることにより、倍率を適宜変化させることができる。

ローレンツ顕微鏡の課題としては、電界が弱い領域では、コントラストが得られないことが挙げられる。例えば、ドーパント濃度が低いpn接合や、イオン注入により作製したpn接合のようにドーパント濃度が徐々に変化する領域や、上述したように同じ極性で濃度差が僅かな界面などはローレンツ顕微鏡では観察が困難である。また、デフォーカスする方法なので、原理的に分解能に限界がある。したがって、感度や空間分解能の観点から考えると、電子線ホログラフィの方が優れている。二つの手法のこれらの特長を踏まえ、実際のデバイス解析では、一方の手法を選択するか、あるいは両方の手法を同時に用いることにより、最適な観察を行う。

6. おわりに

本論文では、電子線ホログラフィとローレンツ顕微鏡によりGaAsのモデル試料の解析について紹介した。電子線ホログラフィでは、ドーパント濃度が 1×10^{19} と 1×10^{18} cm^{-3} の界面と 1×10^{18} と 1×10^{17} cm^{-3} の界面を観察することができた。また、半導体レーザの解析事例について紹介し、これらの手法が実用的に用いられることを示した。

電子線ホログラフィは、まだ進歩発展している分野である。二段バイプリズム法³⁰⁾により、干渉領域と干渉縞が独立に変変できることは、観察視野と空間分解能を独立に変変できるので、観察可能なデバイスの種類が増えることを意味している。分離照射電子線ホログラフィ²²⁾は、試料の端から離れた場所でも観察できるので、FIBによる試料作製が困難だったデバイスに適用可能となる。超高压電子線ホログラフィは、厚いTEM試料の観察が可能になるので感度が上がり、 1×10^{17} cm^{-3} 以下の低濃度領域が評価できる可能性がある。その他のTEMによる半導体電位評価手法としては、位相再生法の一手法である電子回折顕微法³¹⁾や、STEMの一手法であるDPC(微分位相コントラスト法:Differential Phase Contrast)法³²⁾も有効であり、電子線ホログラフィと相補的に利用できる。これらの手法を適切に半導体デバイス解析に活用することにより、製品の信頼性や特性向上に寄与することができる。

謝辞

最後に、共同研究者である財団法人ファインセラミックスセンターナノ構造研究所の平山司、山本和生の各氏に感謝いたします。また、ファインセラミックスセンターの装置を利用することにより成果の一部を得ることができました。

参考文献

- 1) F. Iwase, Y. Nakamura, and S. Furuya: "Secondary electron emission from Si-implanted GaAs", *Appl. Phys. Lett.*, 64 (1994), 1404.
- 2) 工藤政都, 境悠治, 市ノ川竹男: "走査型オージェ電子顕微鏡による仕事関数の測定とその応用", *J. Surf. Anal.*, 7 (2000), 188.
- 3) A. Erickson, L. Sadwick, G. Neubauer, J. Kopanski, D. Adderton and M. Rogers: "Quantitative scanning capacitance microscopy analysis of two-dimensional dopant concentrations at nanoscale dimensions", *J. Electronic Materials*, 25 (1996), 301.
- 4) 一般財団法人ファインセラミックスセンター; <http://www.jfcc.or.jp/> (参照日 2014年11月11日)
- 5) D. Gabor: "A new microscopic principle", *Nature*, 161 (1948), 777.
- 6) A. Tonomura, A. Fukuhara, H. Watanabe and T. Komoda: "Optical reconstruction of image from fraunhofer electron hologram", *Jpn. J. Appl. Phys.*, 7 (1968), 295.
- 7) G. Möllenstedt and H. Düker: "Fresnelscher interferenzversuch mit einem biprisma für Elektronenwellen", *Naturwissenschaften*, 42 (1955), 41.
- 8) T. Matsuda, S. Hasegawa, M. Igarashi, T. Kobayashi, M. Naito, H. Kajiyama, J. Endo, N. Osakabe, and A. Tonomura: "Magnetic field observation of a single flux quantum by electron-

- holographic interferometry”, *Phys. Rev. Lett.*, 62 (1989), 2519.
- 9) E. Völkl, L. F. Allard, D. C. Joy: Introduction to Electron Holography, Kluwer Academic, Plenum Publishers, New York, (1999), 17.
 - 10) S. Frabboni, G. Matteucci and G. Pozzi: “Electron holographic observations of the electrostatic field associated with thin reverse-biased p-n junctions”, *Phys. Rev. Lett.*, 55 (1985), 2196.
 - 11) S. Frabboni, G. Matteucci and G. Pozzi: “Observation of electrostatic field by electron holography: the case of reverse-biased p-n junctions”, *Ultramicroscopy*, 23 (1987), 29.
 - 12) M. R. McCartney, D. J. Smith, R. Hull, J. C. Bean, E. Voelkl and B. Frost: “Direct observation of potential distribution across Si/Si p-n junctions using off-axis electron holography”, *Appl. Phys. Lett.*, 65 (1994), 2603.
 - 13) W. D. Rau, P. Schwander, F. H. Baumann, W. Höppner, and A. Ourmazd: “Two-Dimensional Mapping of the Electrostatic Potential in Transistors by Electron Holography”, *Phys. Rev. Lett.*, 82 (1999), 2614.
 - 14) A. C. Twitchett, R. E. Dunin-Borkowski, and P. A. Midgley: “Quantitative Electron Holography of Biased Semiconductor Devices”, *Phys. Rev. Lett.*, 88 (2002), 238302.
 - 15) Z. Wang, T. Hirayama, K. Sasaki, H. Saka and N. Kato: “Electron holographic characterization of electrostatic potential distributions in a transistor sample fabricated by focused ion beam”, *Appl. Phys. Lett.*, 80 (2002), 246.
 - 16) 藪崎こずえ, 佐々木宏和: “FIBを用いた微細構造解析用試料調製技術”, *古河電工時報*, 110 (2002), 77.
 - 17) H. Sasaki, T. Matusda, T. Kato, T. Muroga, Y. Iijima, T. Saitoh, F. Iwase, Y. Yamada, T. Izumi, Y. Shiohara and T. Hirayama: “Specimen preparation for high resolution transmission electron microscopy using focused ion beam and Ar ion milling”, *Journal of electron microscopy*, 53 (2004) 497.
 - 18) H. Sasaki, K. Yamamoto, T. Hirayama, S. Ootomo, T. Matsuda, F. Iwase, R. Nakasaki, and T. Ishii: “Mapping of dopant concentration in a GaAs semiconductor by off axis phase-shifting electron holography”, *Appl. Phys. Lett.*, 89 (2006), 244101.
 - 19) 佐々木宏和, 大友晋哉, 松田竹善, 石井宏辰: “電子線ホログラフィーによる化合物半導体のキャリア分布の観察”, *古河電工時報*, 122 (2008), 29.
 - 20) D. Cooper, J. M. Hartmann and N. Gambacorti: “Low energy Xe milling for the quantitative profiling of active dopants by off-axis electron holography”, *J. Appl. Phys.*, 110 (2011), 044511.
 - 21) D. Wolf, A. Lubk, A. Lenk, S. Sturm and H. Lichte: “Tomographic investigation of fermi level pinning at focused ion beam milled semiconductor surfaces”, *Appl. Phys. Lett.*, 103 (2013) 264104.
 - 22) T. Tanigaki, S. Aizawa, H. S. Park, T. Matsuda, K. Harada and D. Shindo: “Advanced split-illumination electron holography without Fresnel fringes”, *Ultramicroscopy*, 137 (2014) 7.
 - 23) A. Tonomura, H. Kasai, O. Kamimura, T. Matsuda, K. Harada, Y. Nakayama, J. Shimoyama, K. Kishio, T. Hanaguri, K. Kitazawa, M. Sasase and S. Okayasu: “Observation of individual vortices trapped along columnar defects in high-temperature superconductors” *Nature*, 412 (2001), 620.
 - 24) P. G. Merli, G. F. Missiroli and G. Pozzi: “Observation of p-n junction in transmission on electron microscopy by out-of-focus technique”, *Phys. Status Solidi (a)*, 16 (1973), K89.
 - 25) P. G. Merli, G. F. Missiroli and G. Pozzi: “Contrast effects in the out-of-focus images of a p-n junction”, *Phys. Status Solidi (a)*, 20 (1973), K87.
 - 26) P. G. Merli, G. F. Missiroli and G. Pozzi: “Transmission electron microscopy observations of p-n junctions”, *Phys. Status Solidi (a)*, 30 (1975), 699.
 - 27) A. C. Twitchett, R. E. Dunin-Borkowski and P. A. Midgley: “Comparison of off-axis and in-line electron holography as quantitative dopant-profiling techniques”, *Philos. Mag. A*, 86 (2006), 5805.
 - 28) H. Sasaki, S. Otomo, R. Minato, K. Yamamoto and T. Hirayama: “Direct observation of dopant distribution in GaAs compound semiconductors using phase-shifting electron holography and Lorentz microscopy” *Microscopy*, 63 (2014), 235.
 - 29) K. Yamamoto, I. Kawajiri, T. Tanji, M. Hibino and T. Hirayama: “High precision phase-shifting electron holography”, *J. Electron Microsc.*, 49 (2000), 31.
 - 30) K. Harada, A. Tonomura, Y. Togawa, T. Akashi and T. Matsuda: “Double-biprism electron interferometry”, *Appl. Phys. Lett.*, 84 (2004), 3229.
 - 31) J. Yamasaki, K. Ohta, S. Morishita and N. Tanaka: “Quantitative phase imaging of electron waves using selected-area diffraction”, *Appl. Phys. Lett.*, 101 (2012), 234105.
 - 32) N. Shibata, S.D. Findlay, Y. Kohno, H. Sawada, Y. Kondo and Y. Ikuhara: “Differential phase-contrast microscopy at atomic resolution”, *Nature Phys.*, 8 (2012), 611.