

(技術資料)

高分解能RBS分析装置

A High Resolution RBS System



森 芳一
Yoshikazu Mori



木村 誠
Makoto Kimura



前原正明
Masaaki Maehara



福山博文
Hirofumi Fukuyama

A new compact, high resolution RBS system consisting of a 500 kV accelerator, a beam line and an end-station with a magnetic spectrometer was developed. The overall size of the system is $3.8^L \times 2.8^W \times 2.35^H$ m. A high voltage Cockcroft type generator was adopted for incident beam energy stability. The measured energy resolution of the spectrometer was 1.0 keV. This paper outlines the system, and the result of high depth resolution testing.

まえばき = 半導体デバイスの微細化・高速化が進展するなか、成膜技術はいっそうの薄膜・多層膜化が要求される時代になっている。各層の膜厚は原子スケールで制御され数十オングストロームオーダのレベルまでに到達してきた。一方形成した膜の深さ方向分布、結晶性、膜厚の評価などは、それ以上の精度を持つ手法でかつ高速に分析することが要求されている。

これらの要求に対応するため、筆者らは従来のRBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) の深さ方向分解能を格段に向上させ、使いやすいコンパクトな高分解能RBS装置を完成させた。本稿では高分解能RBS分析装置の概要を説明し、その機能の有効性を示す。

1. 高分解能RBSの特徴

1.1 RBSの原理

高分解能RBSもその基本原理¹⁾は従来のRBSと同じであり、『弾性散乱』による運動エネルギー保存と、試料内部における『非弾性散乱』によるエネルギー変換の原理にもとづくものである。

図1に示すように質量 M_1 のイオンをエネルギー E_{in} で加速し、質量 M_2 の原子からなる固体に入射すると、表面で弾性散乱され、跳ね返された入射イオンのエネルギー E は式(1)で与えられる。

$$E = K \cdot E_{in} \dots \dots \dots (1)$$

$$K = \left(\frac{M_1 \cos \theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta}}{M_1 + M_2} \right)^2 \dots \dots \dots (2)$$

ここで K は Kinematic factor と呼ばれている。

(2)式で示されるように、弾性散乱で跳ね返された入射イオンのエネルギーは、相手の原子の質量 M_2 の関数となる。したがって逆に得られた散乱イオンのエネルギースペクトルから相手の元素の質量が同定できる。特に後方散乱 ($\sim 180^\circ$) のイオンでは質量 M_2 に敏感なのでRBS

法として分析に用いられている。

また、試料表面から z だけ深いところで散乱されるイオンは固体中の軌道電子との非弾性散乱によってエネルギーを失うため、散乱されたイオンのエネルギー E はさらに E だけ低くなる。この損失エネルギー E_L は、式(3)で表されイオンが固体中を通過した距離にほぼ比例する。

$$E_L = \sigma \cdot N \cdot z \dots \dots \dots (3)$$

ここで、

σ : 阻止係数 (E と電荷の係数)

N : 原子数密度

このエネルギー減衰 E_L から、試料内で衝突した原子核の表面からの深さ方向の位置が分かる。

1.2 高分解能RBSの検出手法

通常、散乱イオンの検出は半導体検出器によって行われ、イオンのカウントとエネルギーを計測している。エネ

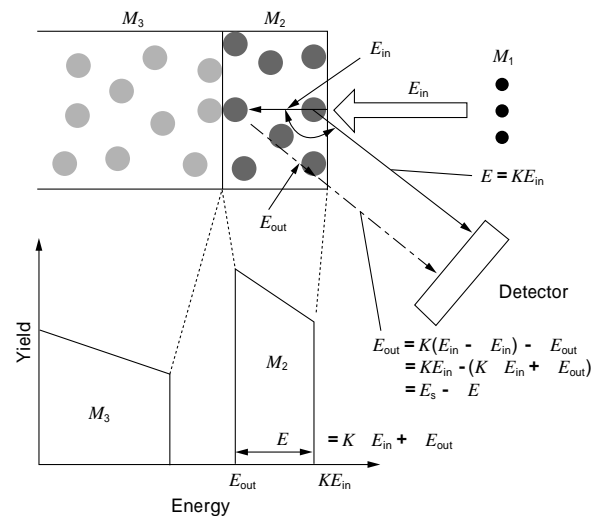


図1 RBSの原理 (単元素薄膜モデル)
Fig. 1 Principle of RBS (Model of monoisotopic thin-film)

ルギ分解能は後述する要因によって決定されるが、従来RBSの検出システムではこの半導体検出器が分解能を決める主要因になっていた。一般的な半導体検出器の分解能は15keV程度であり、試料表面の多層薄膜などの解析には不十分であった。

高分解能RBSは、このエネルギー分解能の悪い半導体検出器の代わりに、分解能を向上させる検出システムを使用しており、図2にその検出方法の概念図を示す。

入射されたイオンはサンプルに入り、それぞれの膜の元素に応じ、RBSの原理にもとづくエネルギーを持ったイオン粒子として跳ね返される。このイオンは分析マグネットで各々のエネルギーに応じて偏向され、下流の位置検出器(MCP-PSD)でその位置情報がカウントされる。

この検出方法を用いることで、従来の半導体検出器のエネルギー分解能15keVを10倍以上の1.0keV程度まで改善することができ、これにより深さ方向の分解能も10倍以上向上させることが可能となった。原理的にAuの薄膜を例にとると、ヘリウムイオンに対するエネルギー分解能1.0keVの数値は、Au膜中で1.5nm厚さでのエネルギー損失に相当する。さらに図3に示すようにヘリウムイオンの入射角を試料表面に対し75°、及び検出角5°(散乱角80°)に設定すると、膜中でのヘリウムイオンの経路は膜厚の12.5倍になり、その経路で発生するエネルギー損失を測定することにより、検出できる膜厚分解能は1.5/12.5 = 0.12nmになる。

1.3 エネルギー分解能に影響する要因

前述のように従来のRBSは半導体検出器の分解能が低いことにより、システムのトータル分解能はそれ以上には上げられない。一方高分解能RBSのシステムにおい

ては、検出器のエネルギー分解能を高くできるが、そのほか種々の要因もエネルギー分解能に影響を及ぼす。分解能に影響すると考えられる要因は、

- (1) 加速電圧の安定度
- (2) イオンビーム光学系の収束度 / 安定度
- (3) 分析マグネットの収束度 / 光学アライメント
- (4) 検出器の位置分解能
- (5) 電気ノイズ

などがあり、これらの要因が重なってトータル分解能を決めている。またそのほか試料表面の性状²⁾(コンタミネーションも含め)も大きな影響要素になり、実際の分析では注意が必要になる。

2. 高分解能RBS分析装置の概要

2.1 装置構成

高分解能RBS分析装置(HRBS500)の仕様を表1に示す。また全体図を図4、概観を写真1に示す。本装置

表1 高分解能RBS分析装置(HRBS500)仕様
Table 1 Specification of high resolution RBS system (HRBS500)

Accelerator	HV generator	Cockcroft type
	Maximum voltage	500kV
	HV stability	± 250V
Beam characteristic	Ion source	PIG type
	Ions	H ⁺ ・He ⁺
	Mass separation	E × B type filter
Magnetic spectrometer	Focussing / Collimating	Doublet of quadruples (option)
	Magnet	90° sector type (double focussing)
	Detector	MCP-PSD

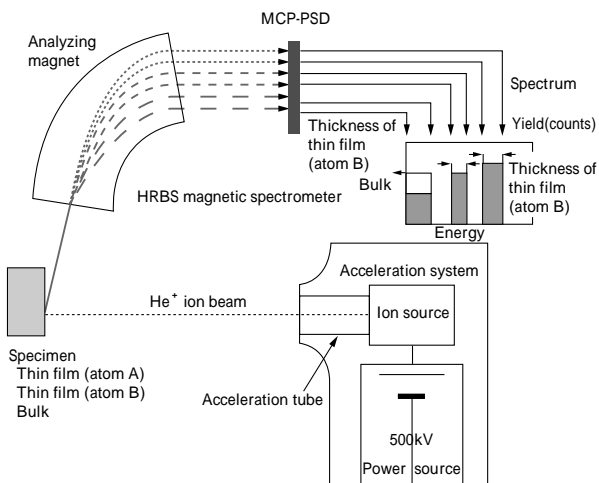


図2 高分解能RBSの検出方法概念図
Fig. 2 General idea of detective method of high resolution RBS

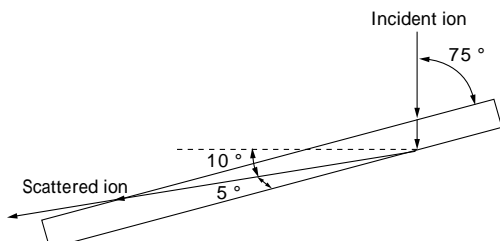


図3 深さ分解能を高めるための測定条件の例
Fig. 3 Example of measuring condition to get high depth resolution

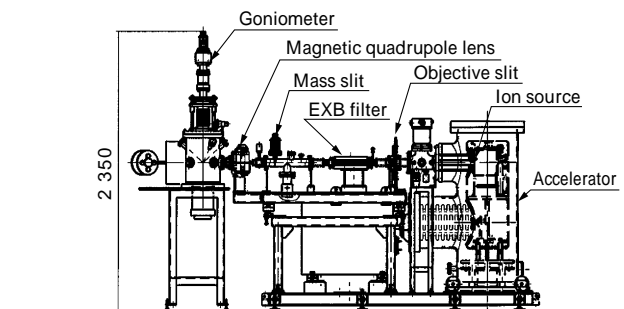
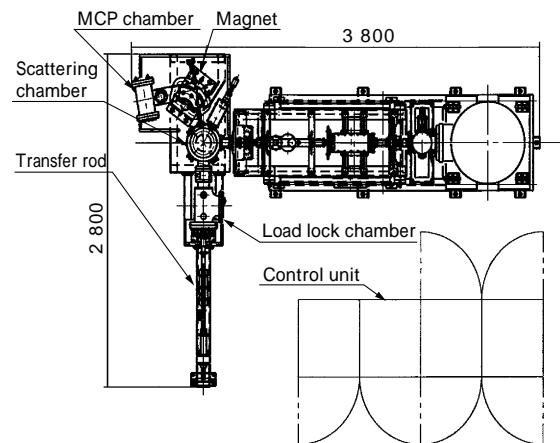


図4 高分解能RBS分析装置の全体図
Fig. 4 Schematic drawing of high resolution RBS system (HRBS500)



写真1 高分解能RBS分析装置(HRBS500)
Photo 1 Photograph of high resolution RBS system (HRBS500)

は大別して加速器、ビームライン、エンドステーション、コントロールユニットからなり、 $3.8^L \times 2.8^W \times 2.35^H$ mとコンパクトにまとめられている。

2.1.1 加速器

加速器は加速用高圧電源、イオン源、加速管から構成される。加速用高圧電源は安定性・操作性の面からコッククロフトタイプの電源を用いており、高耐圧のコンデンサとダイオードによる昇圧整流回路により高圧を発生させる。エネルギー分解能に影響する実際のリップル変動幅も ± 100 V以下と低く、分解能に必要な 10^{-3} 以下の安定度を有している。イオン源はPIG(Penning Ion Gauge)型のもので、HeあるいはHガスをイオン化し30段の電極を持つ加速管で最大500kVの加速を受けたあと、イオンプローブ形成のビームラインに供給される。なおイオン源と加速管は、約600kPaの絶縁用のSF₆ガスで満たされたタンクに収められており、イオン発生時のガス流量や印加電圧の制御は、空間絶縁のため、光通信による時分割データ転送でコントロールしている。

2.1.2 ビームライン

ビームラインは大別して対物スリット、E×B型質量分離器及び質量分離スリット、四重極磁気レンズ(オプション)から構成される。加速管から供給されたイオンは電場と磁場による質量分離器と質量分離スリットを用いて、目的とするイオンの選別を行い、そのほかのイオンは中性化され真空排気される。なお本光学系は対物スリットと質量分離スリットの間E×B型質量分離器を設置した直線型光学系の配置になっており、コンパクトなビームラインを形成している³⁾。

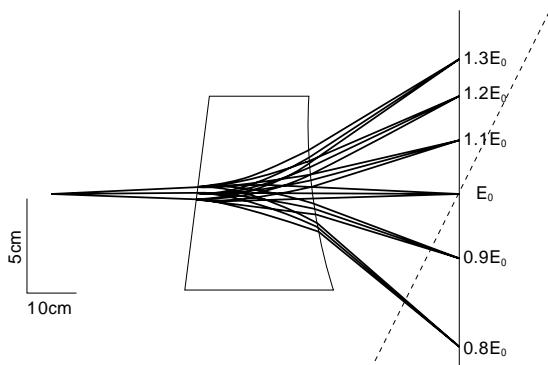


図5 2重収束マグネットの焦点面²⁾
Fig. 5 Focal plane of double focusing magnet

2.1.3 エンドステーション

エンドステーションは測定用チャンバと分析マグネットシステムから構成される。測定用チャンバはトランスファロッドにより試料を交換し、X、Yの並進2軸及び回転1軸のゴニオメータで目的とする解析場所にセッティングを行う。なお面内回転のゴニオ機構もオプションとして搭載可能になっている。チャンバ内の真空は 10^{-6} Pa台で、分解能に影響を及ぼすコンタミネーションの発生を押さえるためにドライポンプを使用している。

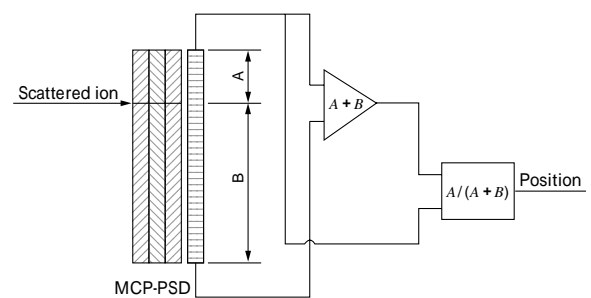
分析システムは分析用マグネット及びMCP-PSDユニットから構成される。マグネット²⁾は2重集束のためにエッジ部が26.6°の傾きを持った90°セクタ型で、曲げ半径は150mmのものを使用している。通常この光学系の焦点は図5に示すように、マグネットを通る中心のイオン軌道に対し、約60°の傾きを持った面(点線)になる。

一方MCPの入射面は、イオンの入射角が大きくなるにつれて効率が著しく低下することから、本システムではマグネットの出側のエッジを直線ではなく、曲線で近似し、焦点面が中心軌道に対し垂直になるようにマグネットの形状を変更している。またマグネット半径が大きくなるほどエネルギー分解能は基本的には向上するが、1回で測定可能なエネルギーのダイナミックレンジは小さくなるため分解能と測定時間との兼合いとなる。

散乱されたイオンは、分析マグネットで各々のエネルギーに応じて偏向されたあと、MCP(Micro-Channel-Plate)に入射され、MCPでイオンが電子に変換増倍されてPSD(Position Sensitive Detector)を通して電圧として取出される。得られた電圧信号は、図6における(4)式によりX positionとして、加算及び徐算の信号処理を行い、その演算値がMCA(Multi Channel Analyzer)にエネルギー分析値としてカウントされる。その後図7に示すエネルギーとPSDの位置との変換式にもとづき、位置をエネルギーに校正しスペクトルを得る。

2.1.4 コントロールユニット

コントロールユニットは主に真空排気用電源、計測器ゴニオなど制御用シーケンサ及びデータ処理用コンピュータから構成される。試料交換、真空排気などの機器動作に関する部分は、入力としてタッチパネルを使用し、画面手順に従い容易に操作することができる。計測器は主にビーム形成の各種電源及び散乱粒子を処理する信号処理ユニットから構成され、データ収集に応じ外部から



$$X \text{ position} = A / (A + B) \dots\dots\dots (4)$$

図6 位置演算の定義
Fig. 6 Definition of X position

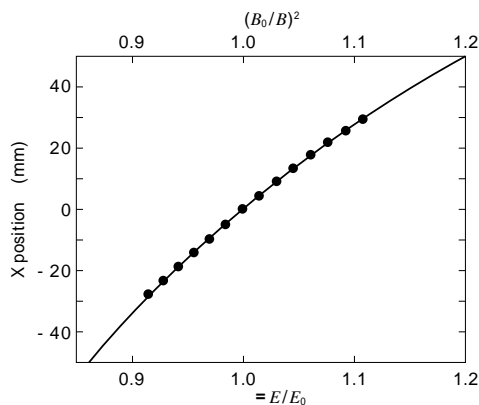


図7 エネルギーと X position との関係²⁾
Fig. 7 Relationship of energy vs. X position

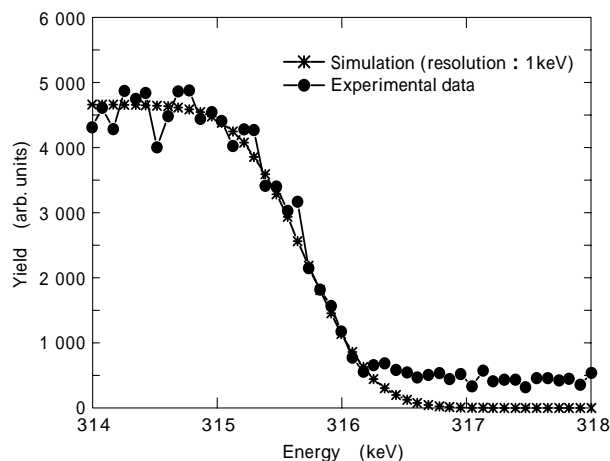


図8 高分解能 RBS のスペクトル (SiO₂)
Fig. 8 High resolution RBS spectrum of SiO₂

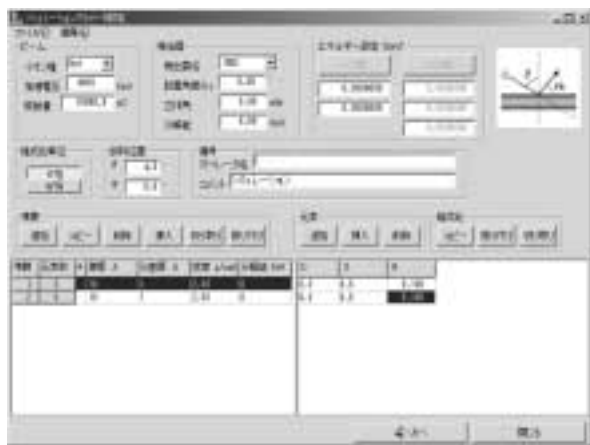


写真2 シミュレーションモデルの設定画面
Photo 2 Setup screen of simulation model

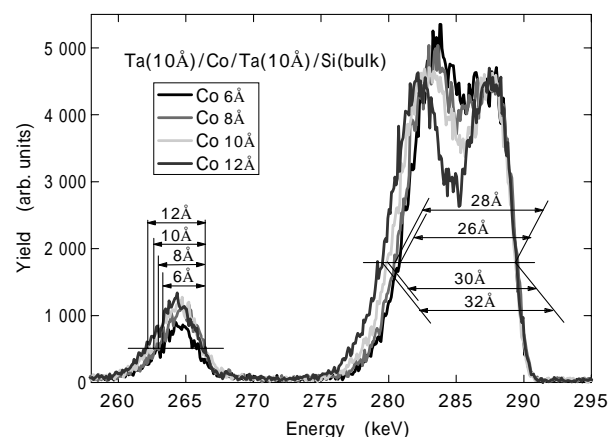


図9 高分解能 RBS のスペクトル (Ta/Co/Ta/Si)
Fig. 9 High resolution RBS spectrum of Ta/Co/Ta/Si

コントロールされる。データ処理用コンピュータは、データの収集並びに得られたスペクトル解析のソフトウェアを備える。データ収集は分析試料をセットした後、収集条件を入力することで自動的にビーム照射を行ない、リアルタイムで収集状態を表示し、結果をディスクに格納する。収集データから薄膜の厚さや深さ方向の分布を同定するスペクトル解析は、ユーザに強く望まれている解析支援機能である。解析は複数スペクトル表示/シミュレーション/フィッティング機能などを有し、短時間に詳細な解析ができるようになっている。写真2に設定画面の一例を示す。

3. 機能検証結果

3.1 分解能評価

SiO₂の立上がりスペクトルを用いて、高分解能 RBS 分析装置のエネルギー分解能を評価した。そのスペクトルを図8に示す。●印は測定データ、*印は分解能を1keVとしてシミュレーションを行った結果を表しており、表面立上りの傾きが合致していることが分かる。この結果からシステムの分解能は1keVほどで、従来 RBS に比べ10倍以上に改善することが確認できた。

3.2 Co 膜厚差異評価

人工多層膜で、深さ分解能の評価を行なった事例を図9に示す。Si基板上で10ÅのTaの膜の間にコバルト元素膜を形成したもので、そのコバルトの膜厚を2Åずつ変化させ6Å, 8Å, 10Å, 12Åの4種類のサンプルを作

り HRBS 分析装置で計測したスペクトルである。4種類の高分解能 RBS スペクトルの重ね合わせ表示から、上記、コバルト薄膜の厚さ差異⁽²⁾が明瞭に区別できることが分かる。

むすび = RBS 分析装置の新たな展開として、エネルギー分解能の高い高分解能 RBS 分析装置を完成させた。ますます薄膜化する半導体分野のニーズに対し、十分対応できるものと期待する。今後はより多くの分野の薄膜に対する本装置の有効性を示していくとともに、シリーズ化及びオプション機能の充実を図っていく。また本装置の開発/設計に際しご指導いただきました京都大学 工学研究科 木村健二教授に感謝致します。また測定データをご提供していただきました TDK 株式会社殿に感謝致します。

参考文献

- 1) W. K. Chu et al. : Backscattering Spectrometry (1978) Academic Press, New York.
- 2) K. Kimura et al. : CP475 Application of Accelerator in Research and Industry (1999) p.500.
- 3) 井上憲一ほか : 真空 Vol.34, No.11 (1991) p.28.