

(技術資料)

縦型高分解能RBS分析装置

Vertical Type High Resolution RBS Analysis System



牟礼祥一*
Shoichi MURE



森 芳一*
Yoshikazu MORI



結城隆裕*
Takahiro YUKI



足立成人**
Shigeto ADACHI



前原正明**
Masaaki MAEHARA



一原主税***
Chikara ICHIHARA

A compact vertical type high resolution RBS analysis system has been newly developed. Not only has this system achieved compactness thanks to a newly developed vertical type accelerator, but also has various kinds of functions that a conventional high resolution RBS does not have, and is available for various kinds of analyses. In this paper, the principle of high resolution RBS, newly developed functions and the latest analysis examples are described.

まえがき = RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry, ラザフォード後方散乱分析法) は、表面からの深さ数 μm 程度の領域の元素組成分布や結晶性分布を、深さ分解能 10nm 程度、定量精度数%程度で分析できる手法として広く知られている。しかし、半導体薄膜や磁性体薄膜などの極薄膜分野においては技術革新はめざましく、いっそうの薄膜化、多層膜化が進められており、その膜厚はサブナノメートルレベルにまで到達している。そして、深さ方向の組成や結晶性および膜厚が性能に大きな影響を与えるため、これらをサブナノメートルレベルで正確に分析する技術が求められている。

これらの要求にこたえるため、当社では、深さ分解能をサブナノメートルレベルまで向上させた高分解能 RBS (High-resolution RBS, 以下 HRBS という) 分析装置を 1997 年に開発し¹⁾、改良を続けている。本稿では、最新モデルである、よりコンパクトで高性能な縦型高分解能 RBS 分析装置の特徴、およびその分析事例について紹介する。

1. HRBS の原理と特徴

1.1 RBS の原理

RBS とは、図 1 に示すように、高速に加速されたイオンビームを分析試料に照射し、その散乱イオンのエネルギーを検出することにより深さ方向の組成分布や結晶性分布などを分析する手法である。図 2 に RBS の基本原理²⁾を示す。分析試料に入射したイオンは試料表面で散乱する。ここで、分析試料には質量の異なる 2 元素が含まれているものとする。矢印(a)は試料最表面の重元素で散乱されたイオンである。一方、矢印(b)は深い位置の重元素で散乱されたイオンである。ここでエネルギーの関係は (a)>(b) となる。これは、入射イオンが試料内部を通過する際、周辺原子の電子雲の影響により、

エネルギーを失うからである。この損失エネルギーはイオンが衝突する原子核までの深さに比例するため、散乱エネルギーから深さ情報が定量化できる。また、矢印(c)は試料最表面の軽元素で散乱されたイオンであり、ここではエネルギーの関係は (a)>(c) となる。これは、

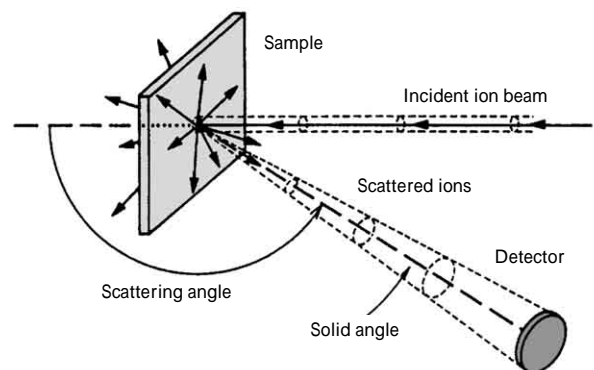


図 1 RBS 概念図
Fig. 1 Conceptual diagram of RBS

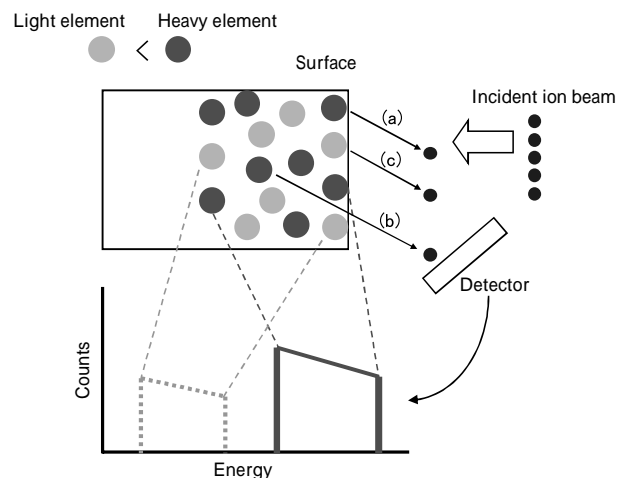


図 2 RBS の原理
Fig. 2 Principle of RBS

*機械エンジニアリングカンパニー 産業機械事業部 高機能商品部 **機械エンジニアリングカンパニー 開発センター 開発部 ***技術開発本部 電子技術研究所

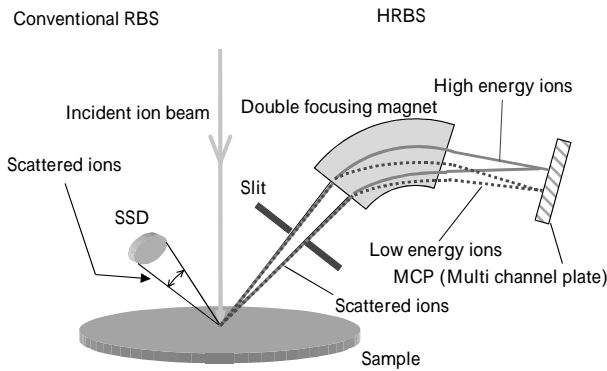


図3 従来RBSとHRBSの検出器比較

Fig. 3 Comparison of spectrometer between conventional RBS and HRBS

衝突される原子核が軽い(軽元素)ほど、入射イオンは、より多くのエネルギーを失うからである。

これら散乱イオンの数を、エネルギーごとのヒストグラムとしてプロットすると、図2のグラフに示すようなRBSのスペクトルが得られる。このRBSスペクトルの横軸(エネルギー)から、どの元素がどの深さに存在するかが分かり、縦軸(カウント)から各元素間の組成比が分かる。

1.2 HRBSの原理

図3に従来型RBSとHRBSの検出手法を示す。RBS分析では、分析試料表面で散乱されたイオンのエネルギーからRBSスペクトルを得る。散乱イオンのエネルギー検出方式は従来型RBSでは半導体検出器を用いており、エネルギー分解能は15~18keVである。またHRBSでは、2重集束マグネットとMCP(Multi Channel Plate)の組合せを用いる³⁾。散乱イオンが2重集束マグネットを通過する際、高エネルギー散乱イオンは緩やかに曲げられ、低エネルギー散乱イオンは急峻に曲げられる。つまり、エネルギーの違いは位置情報に変換され、その位置を高精度にMCPにより検出する。このため、従来のRBSと比較して1桁以上高い1.2keV程度の高エネルギー分解能を実現し、ナノメートル厚さの極薄膜分析を可能としている。

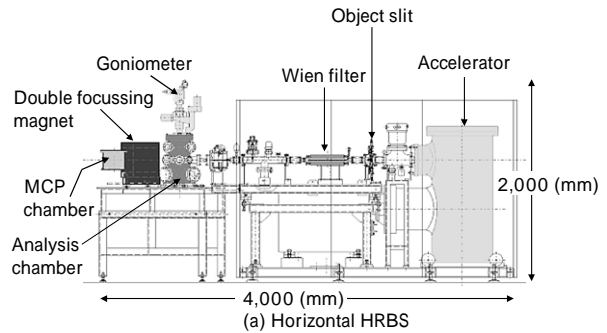
2. 縦型HRBS分析装置の特徴

2.1 コンパクト

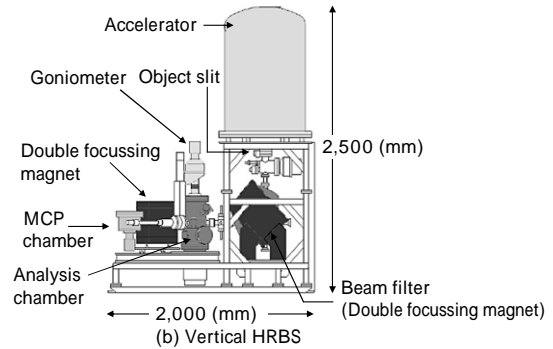
図4に、初期の横型HRBS分析装置と、縦型HRBS分析装置を示す。最も大きな相違点は、加速器の配置である。縦型HRBS装置では、加速器を装置上部に配置し、イオンビームを鉛直下向きに出射させ、その後、分析に必要なイオンのみを通過させるフィルタ機能を兼備した偏向電磁石で水平方向に曲げて、試料チャンバに導く構造とした。これにより、横型HRBS分析装置に比べ、設置面積を70%程度に減少させた。

2.2 加速器

加速器は、高電圧発生回路、イオン源、イオンを加速する加速管、および、それらを絶縁ガス(SF₆)で封じる加速器タンクから構成されている。今回開発した縦型加速器(図5参照)は、加速器内部構造の見直しにより、加速器タンク内の絶縁ガス圧の低圧化を実現した。これ



(a) Horizontal HRBS



(b) Vertical HRBS

図4 横型HRBS分析装置と縦型HRBS分析装置の比較

Fig. 4 Comparison between horizontal HRBS and vertical HRBS

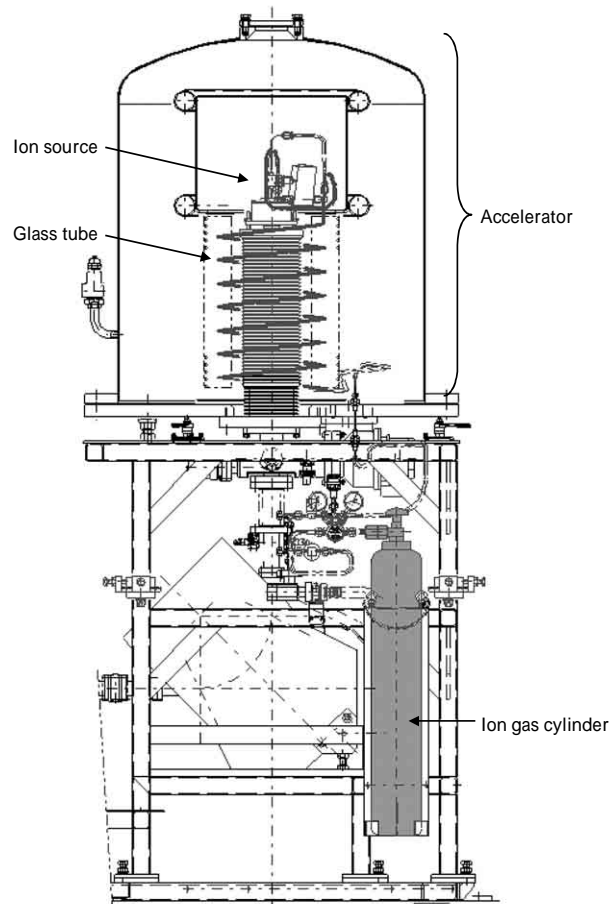


図5 縦型加速器

Fig. 5 Vertical type accelerator

により第2種圧力容器に該当しない構造とし、SF₆ガス充填量の低減(従来の1/3)、タンク重量の低減を実現し、環境負荷を抑えるとともにランニングコストを減らした装置となっている。

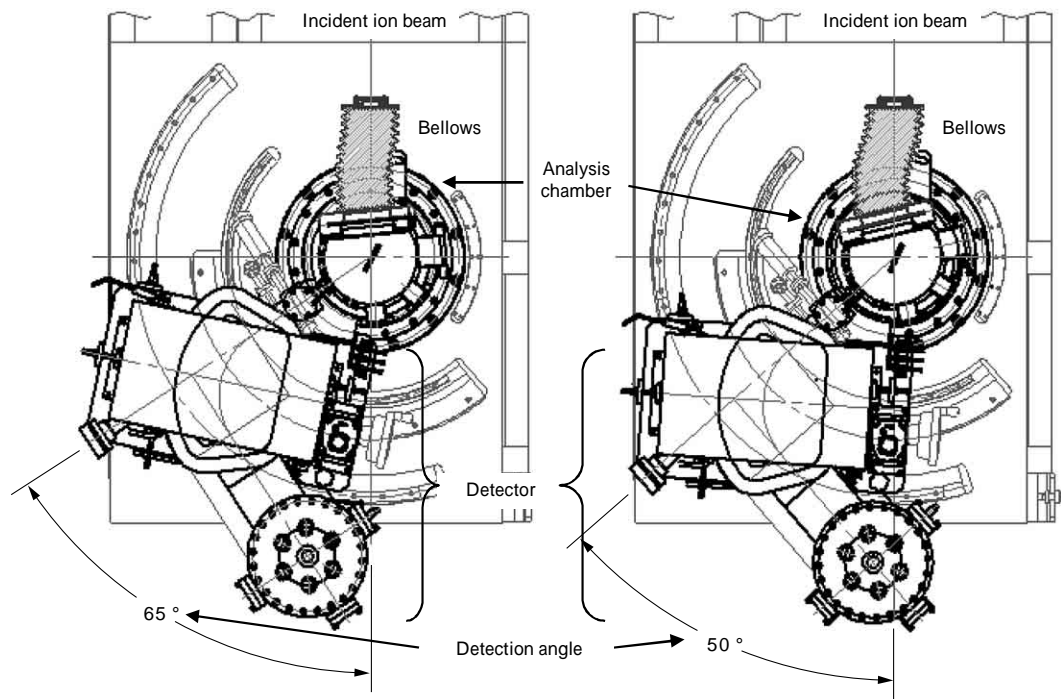


図6 角度自在機構
Fig. 6 Variable detection angle system

また、イオン源は、従来はタンク内部の高電圧ターミナル部に設置したガスボンベから原料ガスを供給していたが、タンク外にポンペを設置する方式に変更した。これにより、従来1日かかっていたガスボンベの交換が短時間で可能となり、大幅に作業効率を向上させるとともに、様々な原料ガス(H₂, N₂など)との交換も容易に行うことができるようになった。

なお、本縦型加速器は、独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業の成果の一部を採用している。

2.3 角度自在機構

複数の元素から構成される試料のRBS分析では、イオン散乱角(検出角)の設定により、深さ分解能や質量分解能が変化する。このため、試料構造や元素構成に応じて適切な検出角を選定することが重要である。従来装置では、試料チャンバに15度ステップごとに6つ(50, 65, 80, 95, 110, 125度)の検出ポートを装備させ、検出角の変更の際には、試料チャンバを大気開放の上、分析チャンバと接続するこの検出ポートを変更していた。これに対して本装置では、図6に示すように、分析チャンバとビームラインを大型のペローズで結ぶ構造とした。この構造により、検出器と一体となった分析チャンバを回転させ、検出ポートに対して±17.5度の範囲については、真空状態を保ったままで検出角を任意に設定することが可能となった。また、検出ポートを62.5, 80, 107.5度に配置することにより、検出角として45~125度の範囲の設定を可能にした。検出角の繰返し精度は約0.1度を実現しており、より精度の高い分析が可能となっている。

3. 分析事例

HRBS分析装置を用いた分析事例について紹介する。

3.1 SiON分析(角度自在機構事例)

従来MOSFET^{注)}のゲート絶縁膜としては、SiO₂が長年使われてきたが、微細化の進展に伴って極薄化は限界に達し、SiO₂ではゲート電極からのボロン突抜けを抑制することができなくなった。そこで、窒素を導入することによってボロン突抜けを抑制し、ホットキャリア耐性が改善するSiONが使われるようになってきた。その膜の特性は窒素の深さ方向濃度分布によって大きく異なるため、正確な分析が求められている。ここでは、2.3節に示した角度自在機構を用いたSiON(2nm)の分析事例について紹介する。図7(a)~(c)は、同一のSiONを検出角を変えて測定したHRBSスペクトルである。(a)〔検出角50°〕では、深さ分解能が高いため酸素の細かい変化(2山)まで観測できるが、酸素と窒素のスペクトルが重なり、その部分で酸素と窒素の深さ方向濃度分布を一意に決定することができない。一方、(c)〔検出角65°〕では、質量分解能が高く酸素と窒素のスペクトルは分離できているが、酸素の2山は観測できない。これを、その中間である(b)〔検出角55°〕とすると、酸素の2山も観測でき、酸素と窒素のスペクトルも重なっていないので、深さ方向濃度分布は一意に決定される。

3.2 High-k分析(SIMSとの比較)

High-kはSiONの次の世代のMOSFETゲート絶縁膜として研究開発が進められている。High-kは、SiONに比べて誘電率が高だけでなく、移動度の低下が少ないなどさまざまな特性がある。これらの特性は、膜を構成する元素の深さ方向濃度分布に大きく依存するため、SiON同様、正確な分析が求められている。半導体分野

脚注) Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistorの略。電界効果トランジスタの構造の一種で、ゲート電極が金属、半導体酸化物、半導体の三層構造になっているタイプのもの。

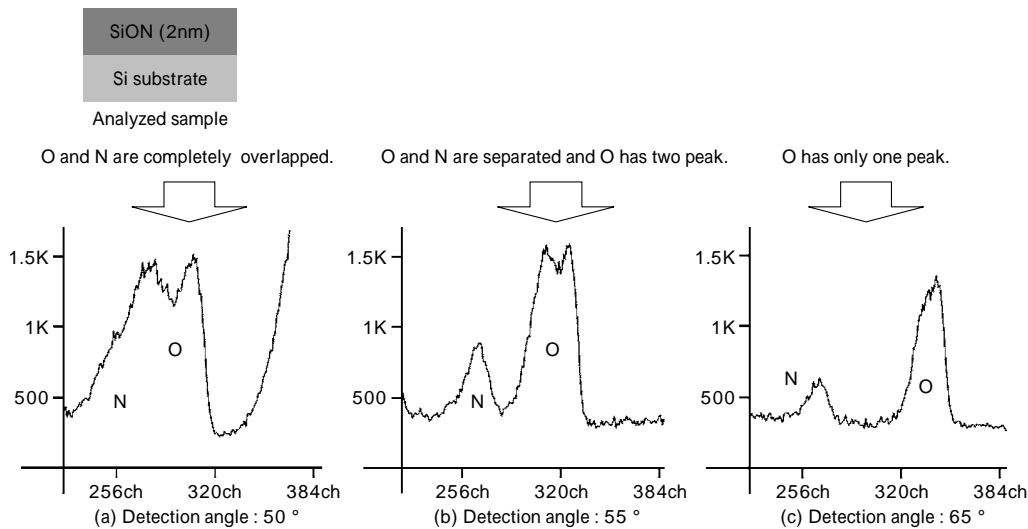


図7 角度自在機構を用いた HRBS スペクトル変化
Fig. 7 Variety of HRBS spectra with variable detection angle system

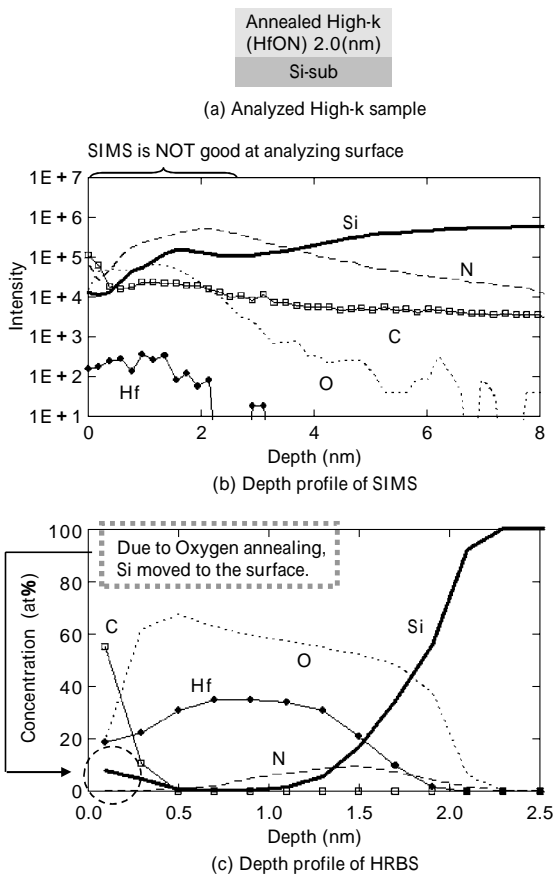


図8 High-k 分析での SIMS, HRBS 比較
Fig. 8 Comparison between SIMS and HRBS in High-k analysis

の分析では、SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy), XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy), および TEM (Transmission Electron Microscopy) などの手法が用いられているが、ここでは、最も一般的な分析手法である SIMS と HRBS の半導体 High-k 膜の分析結果の比較を通じて、SIMS がない HRBS の特長を示す。図 8 (a) に、今回分析対象としたアニール(熱)処理された High-k の構造を示す。この試料を SIMS, HRBS を用いて分析した結果を、同じく図 8 (b), (c) に示す。SIMS 分析結果では、High-k と Si 基板の界面が不明瞭であり、Si 基板

内部にまで O (酸素), N (窒素), C (炭素) が検出されている。一方、HRBS 分析結果では、High-k と Si 基板の界面を明確に認識できる。また、アニール処理により、Si 基板部の Si が表面に移動することが知られているが、HRBS 分析結果では、この表面付近の Si ピークもはっきりと確認することができている。

3.3 MRAM 膜厚分析

HRBS は膜厚分析にも有効な手段である。図 9 に、MRAM (Magnetoresistive Random Access Memory, 磁気抵抗メモリ) の膜厚分析事例を示す。図 9 (a) に、分析対象である MRAM 構造を示す。MRAM は磁性膜の技術を用いているため、非常に多くの元素と膜から構成されており、各層の膜厚も nm オーダという極薄膜である。これらの膜厚が、その特性に大きな影響を与えることが知られている。例えば、 Al_2O_3 層の膜厚は素子抵抗と相関があり、nm 未満の変化で抵抗値は約 1 桁変化する。また、Ru 層の膜厚は、交換結合磁界と相関があるが、nm 未満の変化で数十%変化する。したがって、これらの膜厚を正確に分析することが非常に重要である。今回、この Al_2O_3 層について、1.0nm ~ 1.4nm まで、0.1nm ピッチの 5 試料を作成し、その測定精度を評価した。HRBS では、膜厚がスペクトル面積に比例するという関係が成立つので、各試料の Al スペクトルを測定することにより、膜厚を評価することができる(ここで Al : O = 2 : 3 としている)。実際に測定したスペクトルを図 9 (b) に示すが、膜厚が厚い試料ほどスペクトル面積が大きいことが定性的に確認できる。これを、定量的に評価したデータが図 9 (c) である。これは、各試料について 5 回測定したときの Al スペクトル面積と、膜厚の関係をプロットしたものであるが、その近似直線と各点の標準偏差を評価すると、測定精度はおおよそ $\pm 1.9\%$ ($\pm 0.03nm$) となった。

3.4 水素分析

縦型 HRBS 分析装置は水素の定量分析も可能である。水素分析には、ERDA (Elastic Recoil Detection Analysis, 弾性反跳散乱分析法) という手法を用いる。これは、HFS (Hydrogen Forward scattering Spectrometry, 水素

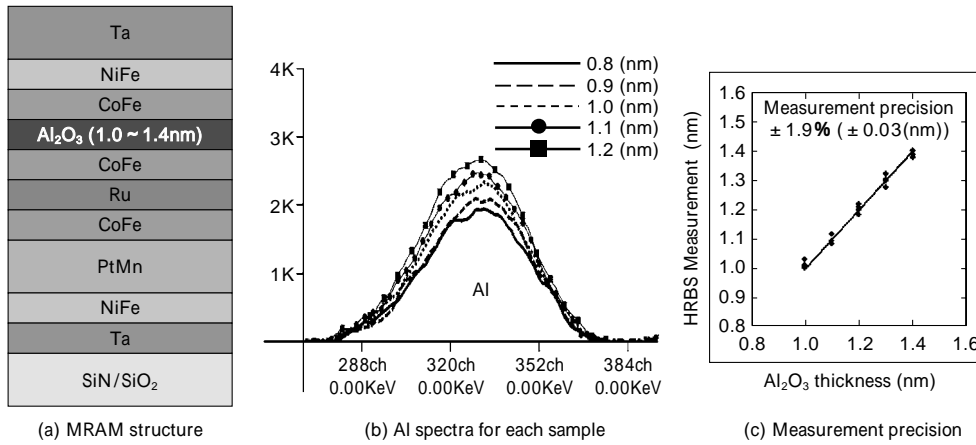


図9 MRAMの膜厚分析
Fig. 9 Thickness analysis for MRAM

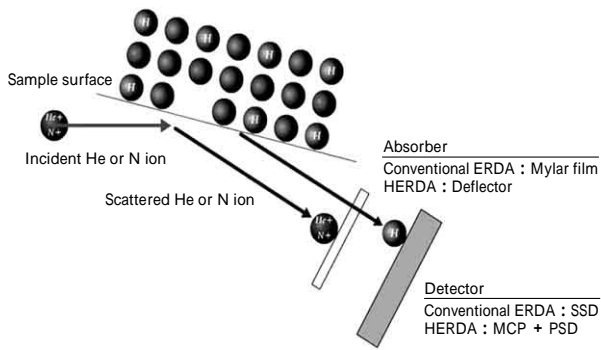


図10 ERDAの原理
Fig.10 Principle of ERDA

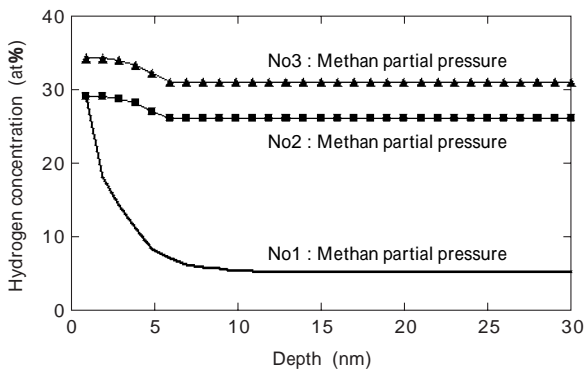


図11 HERDA分析事例(DLC)
Fig.11 HERDA analysis example (DLC)

前方散乱分析法)ともいわれている。図10にERDAの原理を示す。ERDAでは、分析試料にイオンを照射し、試料内部の軽元素(今回は水素)をたたき出し、その軽元素のエネルギーを測定することにより水素の深さ方向分布を知ることができる。水素原子は内殻電子を持たないため、内殻電子励起後の放出X線を検出する分析方法では検出することができない。そのため、水素分析可能な分析手法は非常に少なく、ERDAは非常にユニークな分析手法である。縦型HRBS分析装置では、図3と同じように、2重集束マグネットとMCPの組合せにより、深さ分解能を向上させた高分解能ERDA(HERDA)が可能である。図11にDLC(Diamond Like Carbon, ダイヤモンドに類似した炭素薄膜材料)の分析事例を示す。DLCは、半導体、磁性体、機械、自動車分野など幅広い分野で利用されており、膜中の水素濃度分布がその強度に影響を及ぼすことから、誤差数%程度での正確な分析が求められている。今回は、異なるメタン分圧下で作成した3種類のDLCの水素濃度分布を分析したが、メタン分圧の違いによる水素濃度分布の違いがはっきりと確認できている。

むすび=縦型HRBS分析装置の持つ高い深さ分解能は、極限にまで薄膜化された機能膜の分析ニーズに対し、十分対応できるものと期待している。現在では、研究所での使用が主であるが、プロセスモニタとして製造ラインへの展開も検討して行きたい。

参考文献

- 1) 森芳一ほか: R&D 神戸製鋼所技報, Vol.52, No2 (2002) p.53.
- 2) W. K. Chu, et al.: Backscattering Spectrometry (1978) Academic Press, New York.
- 3) K. Kimura et al: CP475 Application of Accelerator in Research and Industry, (1999) pp.500-503.