

二次イオン質量分析装置*1

鈴木 敏子*2 藤村 亨*3 長沼 敬一*4 清水 真人*5

Secondary Ion Mass Spectrometer

Toshiko Suzuki, Tōru Fujimura, Keiichi Naganuma, Masato Shimizu

1 はじめに

二次イオン質量分析法は、多くの表面分析手法のなかでも最も高感度であること、全元素の分析が可能であること、精度の高い深き方向分析が可能であること等の優れた特徴を有している¹⁾。国内において本法が金属材料の分析に用いられるようになったのは、1970年以降のことである。川崎製鉄においては、1973年に米国 ARL 社製のイオン・マイクロプローブ・マス・アナライザー (IMMA) を導入し、鉄鋼材料に適した分析条件を検討するとともに、定量手法を確立し、高感度な分析装置としていち早く実用化した²⁾。さらに高合金鋼の定量化やめっき層の解析手法の開発^{3,4)}などを行い、粒界偏析による焼き入れ性の改善、熱処理時の表面偏析挙動の解析、種々の表面処理鋼板の評価などに、幅広く利用されている。

一方、シリコンやガリウムヒ素などの半導体産業においては、高集積化、高速化とともに素子の信頼性の向上をめざして、激しい開発競争が繰り広げられており、製品やプロセスの評価には多くの分析技術が駆使されている。半導体材料では、極微量な不純物でも素子の特性や信頼性を大きく左右するため、ウェハーや素子製造の各工程の評価には、感度の高い本法が最も有力な分析手法として知られており、半導体の研究開発には欠くことのできない分析手段となっている¹⁾。川崎製鉄においては、シリコンインゴットの引き揚げからウェハーへの加工はもとより、LSI 素子の開発・製造にいたるまでの一貫した技術による信頼性の高い製品をめざして研究が行われている。このため新たに英国 VG-IONEX 社製二次イオン質量分析装置 IX 70 S を導入した。本装置は、従来の装置に比べていくつかの特徴があるので以下に紹介する。

2 装置の特徴と主な仕様

二次イオン質量分析法では、加速した一次イオンを試料に照射した時に、試料表面から放出される二次イオンを、電場を利用して質量分析系に導き、質量/電荷比によって分離した後、特定の質量のイオンを検出するものである。装置は、機能上から見ると

- (1) 一次イオン照射系
- (2) 二次イオン質量分析系
- (3) 信号検出・処理系
- (4) 分析室および真空排気系

Table 1 Specifications of IX 70 S

Ion sources	O ₂ ⁺	Cs ⁺	G ₂ ⁺
Source voltage	1-20 kV	1-10 kV	30 kV
Min. spot size	2 μm	2 μm	0.1 μm
Scanning area	1 × 1 mm	1 × 1 mm	0.5 × 0.5 mm
Current range	2 μA-3 nA	2 μA-3 nA	25 nA-50 pA
Secondary ion mass spectrometer	Sector mass		Q-mass
Mass range	1-500 amu		1-800 amu
Mass resolution	M/ΔM=500-10,000		ΔM=1/2 amu
Detector	Channeltron Faraday cup		Channeltron
Electron gun			
Source voltage	1-10 kV		
Spot size	50 μm		
Optical microscope magnification	× 120		
Analysis chamber base pressure	< 7 × 10 ⁻¹¹ mbar		

に分けられる。本装置のおもな仕様を Table 1 に、また装置の構成および外観をそれぞれ Fig. 1 と Photo 1 に示す。以下に本装置のおもな特徴について、従来法と比較して説明する。

2.1 一次イオン照射系

あらゆる元素を高感度よく検出するためには、測定する元素によって一次イオン種を使いわけなければならない。これは、二次イオンのイオン化効率が、元素によって大きく異なるためである。一般的には B のような陽性元素には O₂⁺ イオンが、また P のような陰性元素には Cs⁺ イオンが用いられている⁵⁾。本装置においても両タイプのイオン源が同時に装備されている。イオン源からのイオンは、それぞれウィンフィルターで純化される。Cs⁺ イオンは 45° 偏向されて O₂⁺ イオンと同一のレンズ系に入る。ここで細束化されたイオンビームは、レンズ系の最終段で off-set して中性粒子を取り除いた後、試料上で走査される。O₂⁺ と Cs⁺ の一次イオンを使い分けることにより、ほぼ全元素の高感度測定が可能である。しかしながらこれらの一次イオンは、おもに高感度の測定を目的としているために、イオン源での強度を高くするように設計されており、微小領域の分析

*1 平成元年2月15日原稿受付

*2 技術研究本部 計測・物性研究センター 主任研究員

*3 技術研究本部 計測・物性研究センター

*4 川鉄テクノリサーチ(株) 総合検査・分析センター総括技術室

*5 技術研究本部 計測・物性研究センター 主任研究員・工博

をするさいには、平面分解能が必ずしも十分ではない。そこで本装置では、さらに別のポートに細いビームが容易に得られる Ga の液体金属イオン源を取り付け、 O_2^+ 、 Cs^+ イオンと同一場所の測定を可能にした。従来 $1\mu m$ 以下の微小領域の分析は、オージェ電子分光法を用いていたが、酸素ガス導入法と併用することによって高集積化にむけて微細化する素子を直接測定することが可能である⁹⁾。なお Ga イオン源にもウィンフィルターが取り付けられてお

り、測定対象の質量数に応じて一次イオンの質量数の選択ができる。また、イオン源のチップを交換することにより、他の液体金属イオン源を利用することも可能である。 O_2^+ 、 Cs^+ 、 Ga^+ のレンズ系は、すべて同一のコントローラーから制御できる。

ところで一次イオン照射系の中では、イオンと残留ガスの衝突によって中性粒子が生成される。レンズ系の最終段でイオンビームを off-center することによって、中性粒子のみを取り除くことが可能であるが、測定中でも系全体を高真空に保つとともにバックグラウンドをおさえるために、いずれのレンズ系も差動排気されている。

2.2 二次イオン質量分析系

一次イオンの照射によって試料表面から放出された二次イオンは、質量分析系で質量/電荷比によって分離される。一般には二次イオン質量分析系として、電場・磁場を用いたいわゆる二重収束質量分析系と四重極質量分析系が使われており、それぞれ異なる特徴を有している。前者は、試料に高い電位をかけて二次イオンを引き出すために、二次イオン収集効率が高く高感度である。また質量分解能を高くすることにより、質量数が重複するような試料系の場合にも有効である。しかし装置が大型で高価であること、超高真空化が難しいこと、電場に比べて磁場の走引は迅速でないこと等の欠点がある。一方後者は、前者に比べて安価であることから簡易型と呼ばれているが、電場制御のために質量走査が迅速であるうえに、コンパクトで超高真空化も容易である。さらに伝導性のない試料の測定も容易である等の多くの特徴がある。しかし質量分解能が低く、質量数の重複のある試料系では、測定が困難な場合がある。このように両者の特徴や欠点は、互いに相補的であり、種々の試料を測定するためには、それぞれの質量分析系を用いた装置が2台あることが望ましい。本装置は、基本的には電場・磁場を用いたセクタ型であるが、試料室を立体的に有効利用し、両タイプの分析系の性

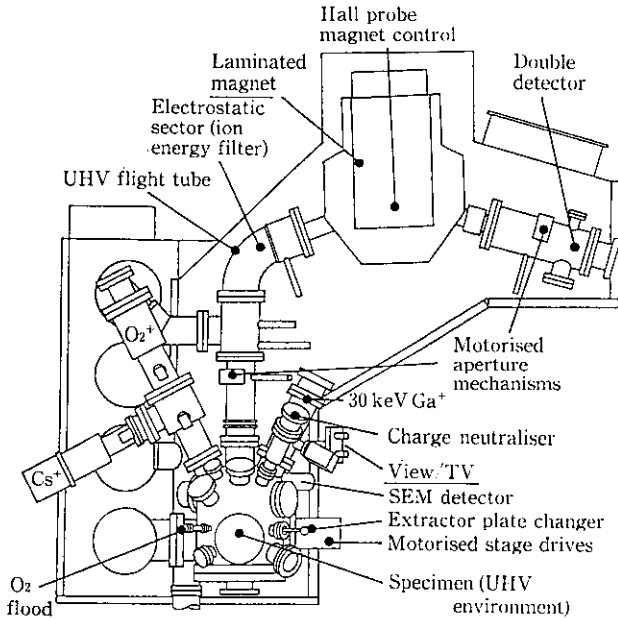


Fig. 1 Schematic diagram of IX 70 S

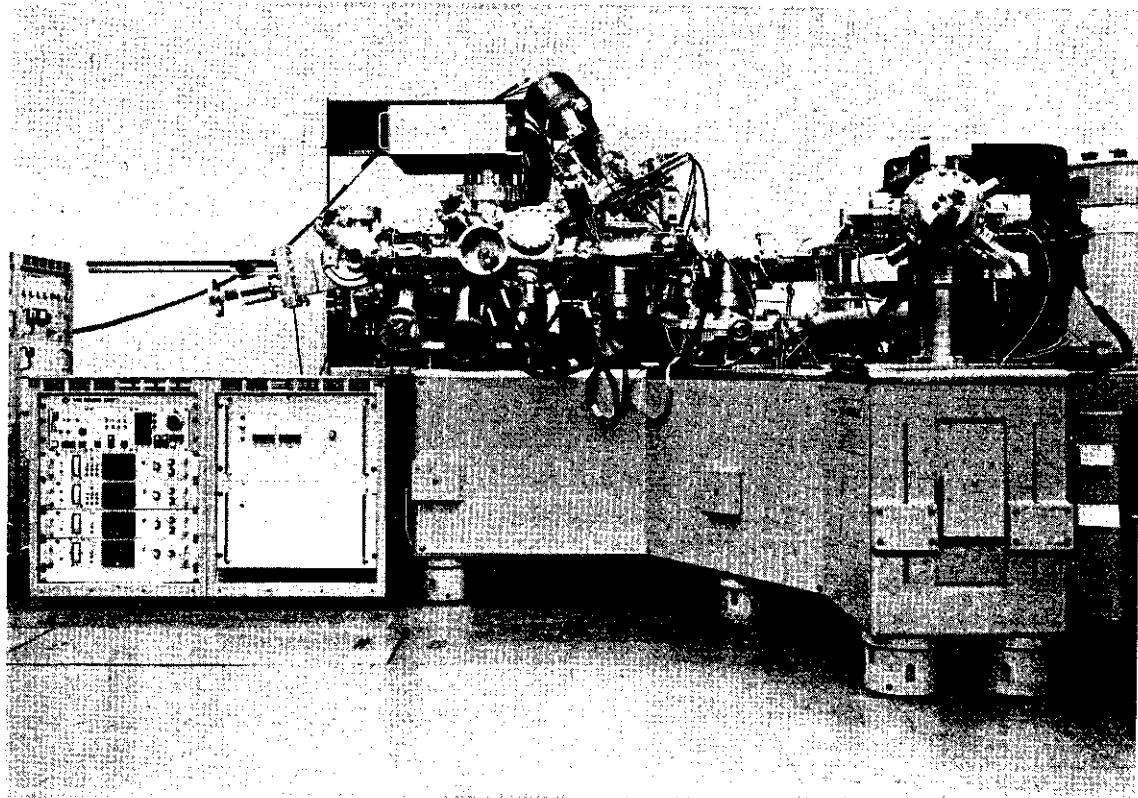


Photo 1 Secondary ion mass spectrometer made by VG-IONEX

能を落とすことなく同一の試料室に取り付けることを可能にした。これによって高質量分解能が必要な場合にはセクタ型を、また迅速な質量走査が必要な場合には四重極型を利用するなど、それぞれの試料に最も適した条件を選択することができ、応用範囲の広い測定が可能になった。

2.3 真空排気系

磁場を用いた装置はイオンのパスが複雑で長いうえに、装置の焼き出しが行えないこと、ガスを用いていることなどから、他の表面分析装置のように超高真空化することは難しい。一般的な測定では、スパッタリング速度が速く必ずしも超高真空が必要ではないが、C, O, P, H等の分析を行う場合には、残留ガスの影響によるバックグラウンドのために、これらの元素の検出下限が高くなってしまふ。しかしながらこれらの元素は、シリコン中でも重要な元素であり、高い精度の測定が望まれている。そこで、本装置では磁場をスライド式にすることによって、系全体を焼き出し可能にするとともに、各所に差動排気系を接続し、到達真空度が 7×10^{-11} mbarと超高真空化を可能にした。これによって残留ガスの影響をおさえ、上記の元素の検出下限の向上をはかった。

2.4 その他の特徴

二次イオン質量分析法では、スパッタリング現象を利用していることから、本質的には破壊分析である。シリコンなどの半導体の分析では、このことを積極的に利用し、微量元素の深さ方向の濃度分布の測定に最もよく用いられている。これらの測定においては、高感度でかつ深さ方向の分解能の優れた測定が可能ないように、装置ごとにさまざまな工夫がなされている。本装置では、二次イオン光学系に投影型のレンズ系を用いて深さ方向の分解能の向上が図られている。また高感度化は、二次イオン質量分析系内の真空度を上げることによる透過率の向上、特定領域から放出された二次イオンの偏向による収集効率の向上などによって図られている。

深さ方向分析の他に、本法の特徴的な測定法として二次元分布や三次元分布の測定を挙げることができる。これらの分布を求める方法は、投影型と走査型の2種類に分けられる。本装置では一次イオンビームの走査をデジタル化し、得られた二次イオン強度を各フレームごとにデータ処理することによって、特定元素の二次元分布や三次元分布を明らかにすることが容易である。特に一次イオンとして Ca^+ イオンを用いると、平面分解能の優れた二次元分布や三次元分布の測定が可能である。

3 応用例

半導体材料では、微量不純物が素子の特性や信頼性を大きく左右するため、これらの濃度制御が最も重要である。このためすでに述べたように、本法は、半導体中の微量元素の深さ方向の濃度分布の測定に、精力的に利用されている。当社においてもシリコン中のド

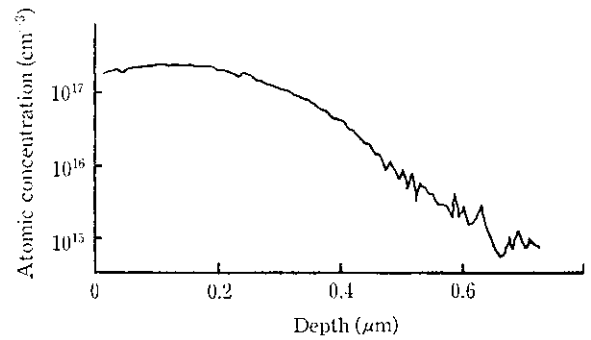


Fig. 2 Depth profile of B implanted in Si after thermal treatment

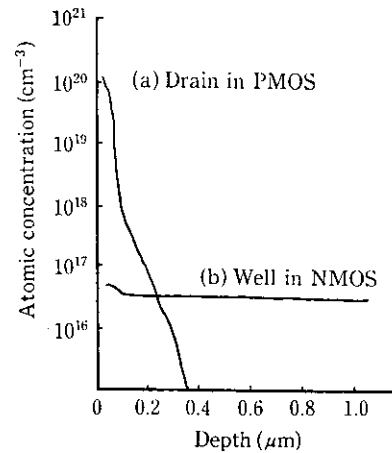


Fig. 3 Depth profiles of B

ーパントの分布の測定に最もよく利用されている。以下に O_2^+ イオンを用いて得られた測定結果を示す。Fig. 2は、酸化膜上からイオン注入されたBの熱処理後のSi基板中での濃度分布を測定した結果である。表面から約 $0.2 \mu\text{m}$ まで $3 \times 10^{17}/\text{cm}^3$ の均一な濃度の層が形成されていること、拡散層は約 $0.6 \mu\text{m}$ にまで達していることが明らかとなった。Fig. 3はLSI研究センターで試作したデバイス・プロセス評価用TEGの測定結果である。(a), (b)の曲線はそれぞれPMOSドレインおよびNMOSウェル部のBの濃度分布である。これらは、拡がり抵抗法による結果と良く一致しており、測定精度の高いことが確認された。

4 おわりに

以上述べたように、新たに導入した二次イオン質量分析装置は、セクタ型と四重極型の両方の機能を備えたものであり、種々の試料の高感度な測定が可能である。今後も半導体材料の研究開発や品質評価に有効に利用されることが期待される。

参考文献

- 1) C. W. Magee and R. E. Honig: *Surf. and Interface Anal.*, 4 (1982) 2, 35
- 2) K. Tsuruoka, K. Tsunoyama, Y. Ohashi, and T. Suzuki: *Japan. J. Appl. Phys. Suppl.* 2, Part 1, (1974), 391
- 3) 鈴木敏子, 角山浩三, 大橋善治: *鉄と鋼*, 62 (1976) 11, S735
- 4) T. Suzuki, Y. Ohashi, and K. Tsunoyama: *Proc. SIMS V*, (1985), 412, [Springer Verlag]
- 5) H. A. Storms, K. F. Brown, and J. D. Stein: *Anal. Chem.*, 49 (1977) 13, 2023
- 6) R. Levi-Setti, G. Crow, and Y. L. Wang: *Scanning Electron Microscopy*, 2 (1985), 535