

SIMSによる薄膜の分析

キーワード：SIMS、薄膜、多層膜、深さ方向分析

概要

二次イオン質量分析法(SIMS)は、真空中で固体表面にイオンビームを照射し、試料より飛び出してくる二次イオン(試料の構成原子)を質量/電荷比ごとに分離して質量分析する方法です。水素を含む全元素を高感度で検出できるため、金属や半導体の表面分析に広く使われています。また、ビーム照射にともなうスパッタリングを利用して、元素の深さ方向の分布も測定することができます。図1にSIMSの原理を、図2にSi基板の分析痕を示します。

ここでは、四重極型SIMSによる薄膜材料の深さ方向分析の事例について紹介します。

Si単結晶基板中の水素の分析

Si単結晶基板に水素をイオン注入し、その後、基板を熱処理すると、水素の高濃度領域が水素脆性によって破壊され、表面が剥離します。この現象を応用したSi表面の加工技術の研究では、元素濃度の深さ方向分布の測定が重要なポイントになります。

図3に、水素をイオン注入したSi基板(500℃熱処理後)のSIMSによる深さ方向分析の結果を示します。Cs⁺ビームを12keV、150nAで照射し、¹H⁻、¹⁸O⁻、²⁸Si₂⁻を測定しました。縦軸はイオンカウント数(cps)、横軸は照射時間(sec)です。照射時間は深さに対応しており、分析後のクレータの深さを触針式膜厚計で測ることにより、深さを推測できます。

この試料では、水素の注入量が最大になる深さは、表面から1μm前後であること、また、その深さに酸素が存在していることがわかりました。この酸素は破壊の前兆と考えられ、熱処理温度を変えた試料では、酸素の量や分布が変化することを確認しました。

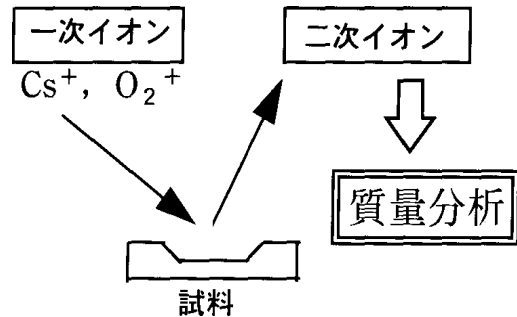


図1 SIMSの原理

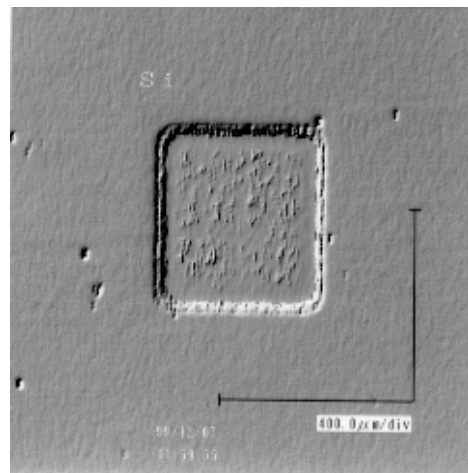


図2 Si基板の分析痕

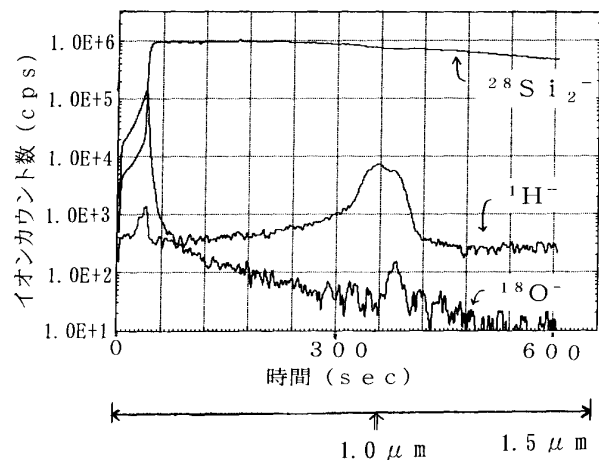


図3 イオン注入された水素の分析

多層膜中の酸素の分析

SIMSの深さ方向分析は、多層膜の分析にも威力を発揮します。

図4は、Moショットキーダイオードの電極の断面図です。一部の電極に、Al膜とMo膜の界面で剥離する不良が発生しました。不良の原因として、Al膜の蒸着になんらかの異常があったと考えられました。そこで、それぞれの膜の構成元素および酸素について深さ方向分析を行いました。不良電極の分析結果を図5に、正常電極の分析結果を図6に示します。

Cs⁺ビームを8keV、30nAで照射し、¹⁶O⁻、²⁷Al⁻、⁵⁸Ni⁻を測定しました。約360secの照射時間で、多層膜が全て除去され、Si基板に到達します。

図5、6では、²⁷Al⁻、⁵⁸Ni⁻は、ほぼ同じ挙動を示しています。膜の主成分が変わりますと元素のイオン化率も変化します。そのため、膜の界面で⁵⁸Ni⁻のイオン強度が増加していますが、不良品、正常品ともに違いは認められません。

一方、Al膜中の酸素の分布をみますと、正常品の酸素は800cpsでほぼ一定、しかも、界面の部分よりも少ないのに比べて、不良品ではAl膜の内部に酸素の多い部分があり、その強度は4000cpsになります。

以上の分析結果から、電極の多層膜の剥離の原因は、Al膜の酸化によるものと推定できます。このような酸化が起こる原因として、真空度などの蒸着条件や原材料の品質のばらつきが考えられるので、これに対応する生産工程を検討し、改善したところ、品質の確保が図られました。

SIMSの適用にあたって

分析において、表面改質の進歩などにもない、表面層だけでなく、さらに深い部分のデータが求められるようになってきました。SIMSの深さ方向分析は、数十nmから数μmの領域での元素の分布を調べることに適しています。適用にあたっては、他の分析法との併用(ESCAなど)が望ましいでしょう。

| | |
|-------|---------|
| Ni | 0.05 μm |
| Al | 1.0 μm |
| Mo | 0.4 μm |
| Si 基板 | |

図4 電極の断面図

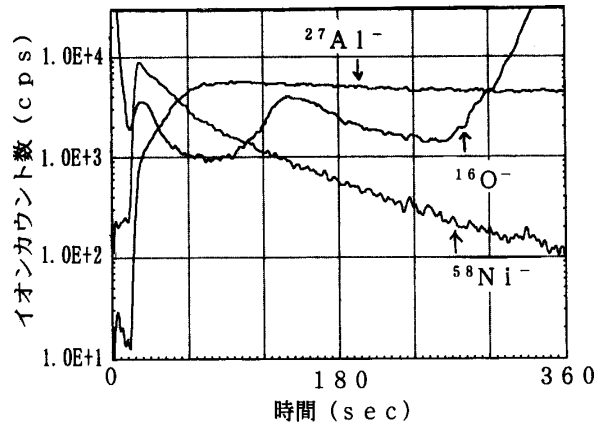


図5 電極(不良品)の多層膜の分析

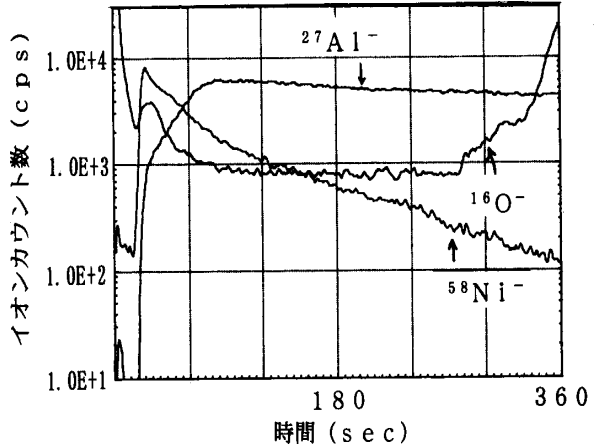


図6 電極(正常品)の多層膜の分析

応用分野

- ・金属材料の表面改質層の深さ方向分析 (Csの使用によりHの分析も可能)
- ・薄膜材料の膜中の元素定性分析 (通電性を要するが絶縁物も可能)
- ・金属等の表面の付着物や汚れの比較