



Title	高エネルギーイオンマイクロプローブによる微小構造の非破壊三次元分析法の研究
Author(s)	木野村, 淳
Citation	大阪大学, 1990, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/1701
rights	
Note	

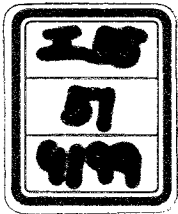
The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

高エネルギーイオンマイクロ
プローブによる微小構造の
非破壊三次元分析法の研究

1990年1月



木野村 淳

大阪大学基礎工学部

155
51
9189

本 論 文 の 概 要

半導体集積回路を多機能化・高集積化するために、新しいプロセス技術とより複雑な構造が研究されている。高密度な回路を実現する多層構造配線、三次元集積回路を実現するSOI構造、回路を直接描画するマスクレス加工法などはこれにあたる。これらのプロセスで形成した三次元的分布を持つ微小構造を分析するには、これまでの評価測定技術では不十分になりつつある。本論文では、MeVまで加速した高エネルギーイオンビームを $1\mu\text{m}$ のスポット径まで集束し、RBS（後方散乱）法と組み合わせたマイクロプローブを用いて、集積回路中の微小な三次元構造を非破壊で分析する方法を実現した。

本論文は著者が大阪大学大学院基礎工学研究科に在学中に行なった研究の成果をまとめたもので本文6章から構成される。

第1章では高エネルギーイオンマイクロプローブ技術の現状とそれを用いた分析法について概観し、本研究の位置づけを述べた。

第2章では高エネルギーイオンの集束法に関する研究を行なった。四重極磁気レンズと精密対物スリットによって構成されるイオン光学系の収差について検討した。イオン軌道追跡法により、使用したビームラインの光学系の3次までの収差を求めた。ビーム径への影響は色収差が最も大きく、球面収差は十分小さいことを明らかにした。ビームの集束を能率よく行なうため、ビーム径を0.3秒で測定する方法を開発し、マイクロプローブ形成に要する時間の大幅な短縮を実現した。この集束法を用いて最小ビーム径 $0.9 \times 1.2\mu\text{m}^2$ を得た。

第3章では本研究で開発した高エネルギーイオンマイクロプローブによる三次元分析法の原理と測定系の構成について検討し、これを用いて3種類の多層構造試料の非破壊三次元分析を実現した。多層配線構造の分析の予備段階として、4層からなる金のグレーティングの積層構造を分析し、各層の金の分布と断面での金の分布が非破壊で得られることを示した。SOI構造を持つ二酸化シリコン中のゲルマニウム層の断層分布を調べ、帯溶解中の過昇温によりゲルマニウムが凝集して、膜厚が2から3倍に増加することを非破壊で検出した。

シリコン基板への 180 keV Ni^+ 注入で形成した埋め込みニッケル層の分析を行い、マスク領域にも正常注入の 9.2% のニッケルが存在することを検出し、マスクエッジによる注入ニッケルの散乱の存在を示した。

第4章ではイオンビームとレーザービームを用いたマスクレス加工層の三次元分析法について検討し、4種類のプロセスによって得た三次元的な組成変化を持つ局所加工層を分析した。シリコン中に FIB 注入した 100 keV Au^+ の分布を分析し、ドーズ量 $1 \times 10^{16}\text{ cm}^{-2}$ で注入した金の画像化と局所注入量の定量を実現した。 GaAs 上にレーザーで描画したモリブデン線の分布を分析し、堆積モリブデンの二次元分布測定を実現した。 GaAs 上にレーザーで描画した酸化スズ線を分析し、堆積層の断面の酸素組成の変化を断層観察像で観測できることを明かにし、堆積層中央で SnO_2 の生成を検出した。フェライト上に埋め込み堆積した酸化シリコン線を局所 RBS 分析し、反応温度が高いほど良質の SiO_2 が得られることを明らかにした。

第5章では高エネルギーイオンマイクロプローブが試料に与える影響と非破壊三次元分析法の可能性と限界について検討した。試料の照射損傷を避けるためには、光学系の最小ビーム径までビームを絞れない場合がある。 1.5 MeV He^+ で局所 RBS 分析を行い、十分な統計精度を得ようとする、 Si 、 Ge などの軽・中質量の元素に対して、光学系の最小ビーム径まで測定ビーム径を絞ると試料を破壊する可能性があることを示した。

第6章では第2章から第5章までの研究成果をまとめ、本研究で得られた結論について述べた。

高エネルギーイオンマイクロプローブによる
微小構造の非破壊三次元分析法の研究

目 次

第 1 章	序論	1
1-1	研究の背景	1
1-2	高エネルギーイオンマイクロプローブ技術の現状	3
1-3	本論文の構成	5
第 2 章	集束系の収差の評価と最小ビーム径の実現	7
2-1	四重極レンズを用いた集束系の収差	7
2-2	収差係数の計算	11
2-2-1	伝達行列法	12
2-2-2	イオン軌道追跡法	14
2-3	収差がビーム径に与える影響の評価	20
2-4	ビーム径の測定及びビームの集束法	24
2-4-1	ビーム径の測定方法の比較	24
2-4-2	コンピュータによるナイフエッジ法	25
2-5	励磁電流誤差のビーム径への影響	30
2-6	最小ビーム径の実現	32
2-6-1	ヘリウム (He^+) に対する最小ビーム径	32
2-6-2	プロトン (H^+) に対する最小ビーム径	36
2-7	まとめ	37
第 3 章	多層構造の非破壊三次元分析	39
3-1	RBS (後方散乱) 法の原理	39
3-2	RBS 法を用いた三次元分析	43
3-3	測定系の構成	47
3-4	4 層構造金グレーティングの分析	49
3-4-1	試料内部の金層の二次元分布	49
3-4-2	4 層グレーティングの断層観察	53

3-5	SOI構造ゲルマニウム島の分析	55
3-5-1	過昇温によるGe凝集の断層観察	56
3-5-2	過昇温状態への遷移の断層観察	60
3-6	局所注入による埋め込みニッケル層の分析	64
3-7	まとめ	71
第4章	マスクレス加工層の非破壊三次元分析	73
4-1	マスクレスイオン注入層への応用	73
4-2	集束イオン注入した金の分析	77
4-3	非破壊三次元分析法のマスクレス描画層への応用	82
4-4	マスクレス描画したモリブデン線の分析	88
4-5	マスクレス描画した酸化スズ線の分析	91
4-6	マスクレス描画埋め込み二酸化シリコン線の分析	98
4-7	まとめ	102
第5章	照射損傷に関する考察	104
5-1	マイクロプローブ照射による表面状態の変化	104
5-2	高照射量RBS分析	106
5-3	まとめ	112
第6章	結論	114
謝辞		116
参考文献		118
研究業績目録		122

第1章 序論

1-1 研究の背景

半導体集積回路の加工技術は、近年飛躍的な進歩を遂げた。高集積化の最先端を行くDRAM (Dynamic Random Access Memory) では、多層配線構造やトレンチキャパシタの採用により回路の面積を減少するとともに、加工線幅の低減化が進められている。現在1.2 μm ルールを採用した1Mbit-DRAMがすでに量産レベルで商品化されており、次世代のDRAMでは1 μm 以下の加工線幅を指向している。こうした高集積化とは別に、もう一つの方向として半導体集積回路の高機能化が目指されている。例えば、絶縁体上に単結晶半導体層を成長するSOI (Semiconductor on Insulator) 技術は、耐放射線性の高い集積回路、光電子混成集積回路、三次元集積回路、大面積平面ディスプレイなどの付加価値の高い回路を実現する。微細ビームにより誘起される局所化学反応を用いたマスクレス加工技術は、加工欠陥の修正や、任意の回路パターンの描画を行い集積回路の個別化を実現する。これは近年増加の一途をたどるPLA (Programmable Logic Array) 技術の延長線上にあると言える。

半導体集積回路の高集積化・高機能化を促進する上述のような新しい加工技術は、いずれも多層構造を利用することが多い。マスクレス加工法に関しても例外ではなく、例えば、局所的なCVD (Chemical Vapor Deposition) 法により描画する単純な配線層であっても、局所化学反応の特徴から空間的に不均一な組成分布を持つことが多く、これも一種の多層構造とみなすことができる。従って、こうした多層構造の研究開発には、局所的かつ深さ方向の情報を与える三次元分析法が必要になる。その際に試料のへき開、エッチング等を行なうと分析に時間を要し、試料を破壊して再測定が不可能となる。このため非破壊かつ三次元的な分析能力を持った分析法が望まれる。

表1-1に半導体集積回路加工技術の評価に用いられる分析法の一覧を示す。分析領域の局所性と、深さ方向の分析能力に着目してまとめた。電子ビームを利用した分析法 (SEM、TEM、AES、EPMA) は横方向の分解能に優れているが、電子が個体内で散乱を受けるため、表面のみの情報しか得られないか、深さ情報が得られないかのどちらかである。このため電子ビームによる

表 1 - 1 半導体集積回路加工技術の評価に使用する分析法の比較

分析法	得られる 情報	横方向 分解能	測定可 能深さ	感度 (cm^{-3})	深さ方向 分析	備考
走査電子顕微鏡 法 (SEM)	表面形状	数nm	表面 のみ	—	△ へき開 必要	
透過電子顕微鏡 法 (TEM)	断面形状 結晶構造	<1nm	数nm	—	△ 薄片化 必要	
オージェ電子分 光法 (AES)	元素組成	数10 nm	1nm	10^{20}	△ イツクク 必要	
電子線励起 X 線 分析法 (EPMA)	元素組成	数nm	$1\mu\text{m}$	10^{18}	×	軽元素不可 $Z \geq 11$
X 線励起電子分 光法 (XPS)	元素組成 結合状態	数100 μm	1nm	10^{20}	△ イツクク 必要	
2 次イオン質量 分析法 (SIMS)	元素組成	$1\mu\text{m}$	数nm	10^{15}	△ イツクク 伴う	
粒子線励起 X 線 分析法 (PIXE)	元素組成	数100 μm	$10\mu\text{m}$	10^{16}	×	軽元素不可 $Z \geq 11$
核反応分析法 (NRA)	元素組成	数100 μm	$10\mu\text{m}$	$>10^{15}$	○	軽元素 $Z \leq 15$
ラザフォード後 方散乱法 (RBS)	元素組成 結晶性	数100 μm	$10\mu\text{m}$	10^{19}	○	軽元素不可 $Z \geq 6$
弾性散乱反跳粒 子分析法 (ERDA)	元素組成	数100 μm	$10\mu\text{m}$	10^{19}	○	軽元素 主に H
高エネルギー イオンマイクロ プローブ分析法 (PIXE, NRA, RBS ERDA)	元素組成 結晶性	$1\mu\text{m}$	H $^{+}10\mu\text{m}$ He $^{+}1\mu\text{m}$	10^{15} ~ 10^{19}	○ PIXE は×	軽元素~ 重元素

マイクロプローブで深さ方向に分析をするには、試料のエッチングを行なうか、試料のへき開・薄片化を行なう必要がある。

数10keV程度のエネルギーのイオンビームを用いるSIMSは深さ方向の微量元素の分布を調べるのに広く用いられているが、本来の測定原理がプローブビームの照射によりスパッタエッチングされた試料元素を質量分析する方法を取っているので、分析には必ず試料の破壊をともなう。

高エネルギーのイオンビームによる分析法(NRA、RBS、ERDA)は、非破壊で試料の深さ方向の分析を行なうことができるが、高エネルギーのイオンビームの集束は電子ビームに比べて困難であるため、マイクロプローブ化は広く行なわれていない。

本研究では、磁気四重極レンズと精密対物スリットを組み合わせた集束系を使用して、高エネルギーイオンビームを1 μ m程度まで集束して局所的にRBS分析を行なった。高エネルギーマイクロプローブとRBS法の組合せによって、微小な試料の非破壊三次元分析が可能になった。

1-2 高エネルギーイオンマイクロプローブ技術の現状

MeVのエネルギーを持ったイオンビームを微細化する試みは、1950年代より、微細なスリットでビーム径を制限する方法によって行なわれてきたが、レンズ系でビームを集束することによって、初めて実用的な分析装置としての使用が可能となった¹⁾。局所分析を目的とした最初の実用的な高エネルギーイオンマイクロプローブは、CooksonらによってHarwell研究所に設置された⁵⁾。この時のレンズ系には4つの磁気四重極子からなるレンズが用いられ、その構成はロシアンクオドラプレット(Russian quadruplet)と呼ばれるもので、X・Y方向に等しく5倍の縮小率を持つ。スリットとしては18 μ mのピンホールが使用されている。

この後、高エネルギーイオンマイクロプローブを多くのグループが実現しているが、その際に用いられたレンズ系は、いくつかに分類する事ができる。四重極レンズでは、レンズを構成する四重極子の数によって分類し、2つはダブルレット(doublet)、3つはトリプレット(triplet)、4つはクオドラプレット(quadruplet)と呼ぶ。ダブルレット型は四重極レンズとしては最も簡単な構

成で、レンズの設置・組立にともなう誤差を最小にすることができ、寄生収差の影響を減らすことができる。Kneisらはダブレットを低散乱スリット²⁾と組み合わせて、 $2\text{ }\mu\text{m}$ のビーム径を得ている⁴⁾。トリプレット型では高い縮小率が得られ、高い電流量のマイクロプローブが実現できる。Grimeらは縮小率 70×16 のトリプレット型レンズを使用して、 4 MeV のプロトンで $1\text{ }\mu\text{m}$ のビーム径と 80 pA の電流量を得ている⁶⁾。クオドラプレットではほとんどのグループがロシア型の構成を採用しており、Leggeらは光学系の十分な検討を行なって、縮小率20倍のロシアクオドラプレットを作成し、 $1\text{ }\mu\text{m}$ のビーム径を得ている^{7, 24)}。

四重極レンズは磁場型のものと同様に、電場型のものでも実現できる³⁹⁾。しかし電極間の静電破壊の問題があり、磁場型ほど集束力を大きくできない。このため磁場型よりは例が少なく、上述のグループはすべて磁場型のレンズを使用している。静電型の四重極レンズで特筆すべきことは、磁場型のレンズと組み合わせることにより、色消しレンズ (achromatic lens) を実現できることである。Martinらはダブレット型の色消しレンズを用いて色収差を低減し、 1.2 MeV H^+ で $0.5\text{ }\mu\text{m}$ のビーム径を報告している¹⁴⁾。

ほとんどの高エネルギーイオンマイクロプローブは四重極レンズで実現されているが、その他のレンズを使う試みも行なわれている。超伝導コイルによるアインツェルレンズ²⁷⁾、プラズマレンズ²⁸⁾がこれにあたる。また、Jamiesonらは四重極レンズに八重極子を組み合わせて、球面収差の低減化を行なっている¹⁸⁾。

高エネルギーイオンマイクロプローブでは、分析手法として粒子線励起X線分析法 (PIXE)^{29, 30)}が多く用いられる。これは電子ビーム励起のX線分析に比較して、制動放射による背景X線が少なく、高いS/N比を得ることができるためである²³⁾。ただし、PIXEは深さ方向の情報を与えず、分析対象として、生物体の微量元素の分布と定量の測定に使用した例が多い^{1, 3)}。

核反応分析 (NRA)^{29, 30)}、後方散乱分析 (RBS)^{30, 31)}、弾性散乱反跳粒子分析 (ERDA)³⁷⁾はPIXEと同様に元素分析に使用されるが、個体中のイオンのエネルギー損失を利用して、非破壊で深さ方向の分析を行なうことができる。それぞれの分析法の原理から、NRAは軽元素、RBSは中・重元素、ERDAは主に水素の分析に用いられる。Doyleは、これらの分析法における元素の深さ分布の検出能力に注目し、多次元分析法を提案している⁴⁶⁾。

Heck は NRA を用いて、ステンレス中の数 $10\ \mu\text{m}$ 程度の広がりを持つ Li の二次元分布を検出しており⁴⁷⁾、Jamieson らは SOI 構造を持つトランジスタ内部の二酸化シリコン層の二次元分布を RBS 法で検出している⁴⁸⁾、このように高エネルギーイオンマイクロプローブを用いた非破壊三次元分析の試みが行なわれているが、半導体集積回路に対応した微小な領域と多層構造の分析手法は本研究以前には確立されていない。

非破壊三次元分析法に関して考察するとき、比較する必要があるのが CT (Computed Tomography) 法である。現在広く用いられている X 線 CT や NMR-CT は空間分解能の下限があり、集積回路構造の分析は不可能である。一方、高エネルギーイオンマイクロプローブによる CT がいくつかのグループにより提案されている⁵⁶⁻⁵⁸⁾。この方法はイオンビームが測定対象を透過するときのエネルギー損失の差を利用する³⁸⁾。CT 法では試料を小片化して分析ビームを照射しながら回転しなければならないので、基板上に平面的に分布する半導体集積回路構造の分析には適していない。

1-3 本論文の構成

第 1 章では研究の背景と高エネルギーイオンマイクロプローブの必要性について述べる。さらに、高エネルギーイオンビームの集束技術とそれを用いた分析評価法の現状について概観する。

第 2 章では高エネルギーイオンの集束法に関する研究を行なった。その方針は、(1) ビーム径を小さくする、(2) 迅速な集束を可能にする、の 2 点である。(1) については、四重極磁気レンズと精密対物スリットによって構成するイオン光学系の収差について、軌道追跡法によるイオンの軌道計算を行い検討する。ここで、ビーム径を制限している要素の一つであるレンズの励磁電流誤差の影響を調べ、励磁電流の最適化を行なって、最小ビーム径 $0.9 \times 1.2\ \mu\text{m}^2$ を得た。(2) については、ビームの集束を能率よく行なうため、ビーム径の測定を最小 0.3 秒で行なうコンピュータ支援測定法について述べる。

第 3 章では高エネルギーイオンマイクロプローブを用いた三次元分析法の原理と、3 種類の多層構造試料の非破壊分析の結果を示す。分析した試料と評価の目的を以下に示す。(1) 4 層からなる金のグレーティングの積層構造によ

る、多層配線構造の分析の予備実験。(2) 二酸化シリコン中のゲルマニウム層からなるSOI構造で、帯溶融中の過昇温状態が原因で起きるゲルマニウムの凝集現象の観測。(3) シリコン基板へのマスクを通した高濃度ニッケル注入での、注入分布に与えるマスクの影響の評価。また、三次元分析法の測定系の構成についてもこの章で述べる。

第4章ではイオンビームとレーザービームを用いたマスクレスプロセスの評価の結果を示す。分析は4種類のプロセスについて行なった。分析対象と評価の目的を以下に示す。(1) シリコン中に集束イオン注入した金の細線の注入位置と局所注入量。(2) GaAs上にレーザーで描画したモリブデン線の二次元分布。(3) GaAs上にレーザーで描画した酸化スズ線の三次元的な組成変化。(4) フェライト上に埋め込み堆積した二酸化シリコン線の組成変化。これらのプロセスの評価を行なうと同時に評価方法についても検討する。

第5章では高エネルギーイオンマイクロプローブが試料に与える影響と、非破壊三次元分析法の可能性と限界について検討する。三次元分析および局所後方散乱分析を行なった結果試料に生じた変化と測定結果への影響を考察する。

第6章では第2章から第5章までの研究成果をまとめ、本研究で得られた結論について述べる。

第2章 集束系の収差の評価と最小ビーム径の実現

2-1 四重極レンズを用いた集束系の収差

荷電ビームを集束するための光学系は、これまでに幅広く研究され、電子顕微鏡では高度に実用化がなされている。高エネルギーイオンビームの集束系も、電子顕微鏡のものと比べて原理的には変わらない。異なることは荷電粒子の質量が3桁以上大きいこと、加速エネルギーが2桁以上大きいことである。磁気レンズを使用して荷電粒子を集束する場合、電子とイオンとでそれぞれ必要とされる磁場 B_0 、 B_i には次の関係がある。

$$B_i/B_0 = (M_i \cdot E_i / M_e \cdot E_0)^{1/2}$$

M 、 E はそれぞれの質量とエネルギーである。この式からわかるように、質量およびエネルギーの比をそれぞれ3桁と2桁とすると、高エネルギーイオンビームに対して必要な磁場は、2～3桁大きくなる。この関係は静電型レンズでも同様である。電子顕微鏡にはアインツェル型のレンズが広く用いられており、その特性はよく研究されているが、このような強い磁場または電場を得るにはアインツェル型のレンズでは不十分である^{1,9)}。磁気型ではポールピースの飽和をまねいたり、静電型ではポールピース間の静電破壊をまねくためである。

高エネルギーイオンビームのための強集束レンズとして、四重極(Quadrupole)レンズを用いることが多い。四重極レンズは、複数の四重極子を組み合わせ構成する。図2-1に磁気四重極子の概念図を示す³⁾。図は断面形状に

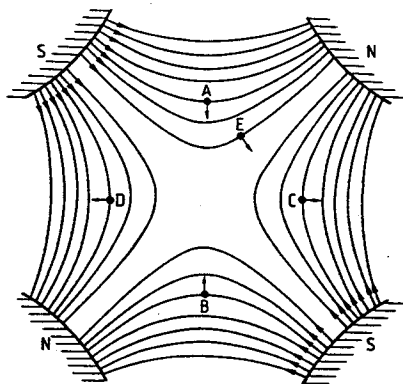


図2-1 磁気四重極子の概念図

あたり、荷電ビームは図の中央付近を紙面に垂直な方向に走るものとする。四重極子内には放物線形の4つの磁極があり、同じ極性の磁極を対向して並べる。磁極の形状が理想的な放物線形状に従っている時、磁極間に生ずる磁場分布 (B_x 、 B_y) は次式で表わされる。

$$B_x = G \cdot y$$

$$B_y = G \cdot x$$

すなわち、磁場を通過する荷電ビームに加えられる力はレンズの中心からの距離に比例する。

四重極子のもう一つの大きな特徴は、X方向とY方向で集束作用が逆であるという点である。すなわち、X方向に集束作用がある場合にはY方向には発散作用がある。従って単独の四重極子ではX、Yの両方にビームを集束することができない。このため、両方向の集束を実現するためには、2つ以上の四重極子を組み合わせる必要がある⁸⁾。このことが四重極レンズによる光学系を複雑なものにしており、アインツェルレンズにない長所、短所を生む原因となっている。また四重極子には、ここで述べた磁気型の他に静電型もあるが、その特性はほぼ同じであると考えてよい。

四重極レンズを用いたイオン光学系の収差を検討するために、イオンの集束特性を次式のような関数で表わす。

$$x_i = F_x(x_0, y_0, \theta_0, \phi_0, p, \delta)$$

$$y_i = F_y(x_0, y_0, \theta_0, \phi_0, p, \delta)$$

ここで x_0 、 y_0 は対物面での座標、 θ_0 、 ϕ_0 は対物面での発散角、 p は運動量 (すなわちエネルギーを表わす)、 δ は p の変位である。 x_i 、 y_i は焦点面での座標である。関数を F_x 、 F_y を多項式に展開して、

$$x_i = \sum A_{iiklmn} x^i y^k \theta^l \phi^m \delta^n$$

と表わす。この時の係数 A_{iiklmn} を収差係数と呼び、

$$A_{iiklmn} = \langle x | x^i y^k \theta^l \phi^m \delta^n \rangle$$

の形で表わす。 y についても同様の方法をとる。収差係数にはすべての次数の組合せが考えられるが、実際に問題となる収差は限られており、それについてのみ考慮すればよい。

表2-1に四重極レンズの主な収差を示す。 $\langle x | x \rangle$ と $\langle y | y \rangle$ はレンズの縮小率であり、定数 D_x 、 D_y と表示して、他の収差とは区別して扱うことが多い。非点収差・色収差・球面収差は電磁レンズ系に限らず、レンズ一般に

表 2 - 1 四重極レンズによる集束系の主な収差

収差係数	次数	注釈
真性収差		
$\langle x x \rangle$	1	レンズの縮小率
$\langle y y \rangle$	1	
$\langle x \theta \rangle$	1	非点収差項
$\langle y \phi \rangle$	1	
$\langle x \theta \delta \rangle$	2	色収差
$\langle y \phi \delta \rangle$	2	
$\langle x \theta^3 \rangle$	3	球面収差
$\langle x \theta \phi^2 \rangle$	3	
$\langle y \theta^2 \phi \rangle$	3	
$\langle y \phi^3 \rangle$	3	
$\langle x \theta^5 \rangle$	5	5 次収差項
$\langle y \phi^5 \rangle$	5	
寄生収差		
$\langle x U_n \rangle$	1	n 番目の四重極子の変位
$\langle y V_n \rangle$	1	
$\langle x \alpha_n \rangle$	1	n 番目の四重極子の傾斜
$\langle y \beta_n \rangle$	1	
$\langle x \phi \rho_n \rangle$	2	n 番目の四重極子の相対回転誤差
$\langle y \theta \rho_n \rangle$	2	
$\langle x \theta \varepsilon_n \rangle$	2	n 番目の四重極子の励起変動
$\langle y \phi \varepsilon_n \rangle$	2	

対して用いられている収差係数である。ただし、通常のレンズ系と異なる点は、X および Y 方向に異なる収差係数を持つことである。また、 $\langle x | \theta \phi^2 \rangle$ のように、Y 方向のパラメータ ϕ の変化によって X 方向に変化を生ずるような複雑な収差も存在する。5 次収差項は、 θ または ϕ が小さい値の時には無視できるが、 θ または ϕ が大きくなった時、3 次多項式では収差曲線を十分近似できなくなることがあり、その場合に考慮する必要がある。

x、y、 θ 、 ϕ 、 δ のみに対応して現われる収差は、レンズ系に本質的なもので避けることができない。これらの収差を真性収差と呼ぶ。一方、レンズの組立の不完全性や、励磁電流の不安定性が原因となって生ずる収差は、レンズ系に本質的ではなく寄生収差と呼ぶ。表 2 - 1 には 4 種類の寄生収差を示した。変数の添え字に使われる n は、レンズを構成する四重極子の番号を表わし、本研究ではダブレット型のレンズを使用し、四重極子は 2 つあるので、n は 1 か

2 の値を取る。寄生収差の原因となるパラメータは 4 種類ある。 $U_n \cdot V_n$ はビームに対して垂直方向への四重極子の変位を表わし、それぞれ X および Y 方向に対応する。 $\alpha_n \cdot \beta_n$ はビームに対する四重極子の傾きを表わし、それぞれ X および Y 方向に対応する。 ρ_n は四重極子の回転合わせ誤差を表わす。例えば、ダブレット型では 1 つ目の四重極子と 2 つ目の四重極子の極性は完全に 90° 回転して配置する必要があるが、 90° からの微小なずれが収差を生ずる。 ε_n は四重極子の励磁電流（静電型では励磁電圧）の変動を表わす。これは電源のリプルや長時間の安定性などを総合的に考慮したものである。

本研究では図 2-2 に示すビームラインを使用した。高エネルギーイオンビームの発生源として、最大加速電圧 2 MeV で H^+ と He^+ のイオン源を備えたヴァンデグラフ (Van de Graaff) 型加速器 (High Voltage Engineering 社製 AN2000) を使用した。加速器から出たビームは、分析電磁石で質量分析後、集束ビームラインに導入される。集束ビームラインの入口で、精密対物スリットによって、ビーム径を数 $10 \mu m$ から数 μm まで絞る。精密対物スリットには Nobiling²⁾ らの開発した Heidelberg 型スリットを使用している。対物スリットで散乱したビームを除去するために、副スリットが 2 つ置かれている。ビームの集束には、磁気四重極子 2 連からなるダブレット型四重極レン

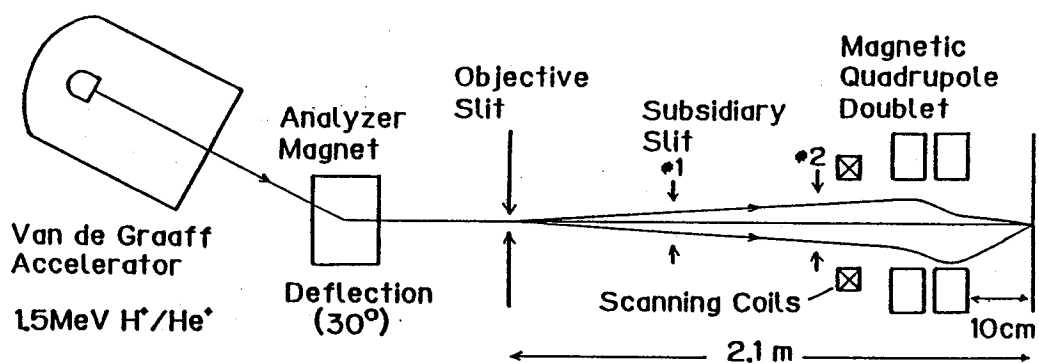


図 2-2 ビームラインの概念図。X 方向と Y 方向のビームの軌道をそれぞれ上下に示している。

表 2-2 本研究で使⽤したビームラインの仕様

<u>ビーム源</u>	
加速器	Van de Graaff
イオン源	RF型またはPIG型 (アパーチャ1.5mm)
質量分析	電磁石(曲げ角 30°)
イオン種	H^+ 、 He^+
エネルギー	1~2MeV
エネルギー分散	0.1%
<u>対物スリット</u>	
形状	Heidelberg型
発散角	(X) 0.3mrad (Y) 0.2mrad
<u>集束ビームライン</u>	
対物距離	1846mm
焦点距離	135mm
<u>レンズ</u>	
種類	磁気四重極ダブレット型
ボア半径	2.5mm
磁極長	32mm
磁極間距離	48mm

ズを⽤した。イオンの光学系としては、対物スリットにより仮想イオン源を構成し、その像を四重極レンズで試料上に縮小投影する形式になっている。図に⽰したビーム軌道は、上側がX⽅向、下側がY⽅向に対応する。ビームの試料上への走査は、四重極レンズの前に置かれた走査コイルで行なう。ビームラインの詳細な仕様を表2-2に⽰す^{15,16)}。

2-2 収差係数の計算

四重極レンズによるイオン光学系の収差を計算するために、イオンビームの軌道計算を行なう。軌道計算法には次の2つの⽅法がある。

- (1) 伝達⾏列法 (Matrix method)
- (2) 軌道追跡法 (Ray-tracing method)

伝達行列法は光学系を行列で表現して計算を行なう方法である。光学系の入口での入射粒子の状態に、光学系を表わす伝達行列を乗ずることにより、出口での粒子の状態が計算できる。軌道追跡法はレンズ等の電磁場を考慮した軌道方程式を数値的に順次解いていくことにより、粒子の軌道のすべてを計算する方法である。

2-2-1 伝達行列法

伝達行列法は軌道追跡法に比べて計算量が少なく、高速かつ容易に軌道の概要を知ることができる。しかし、四重極子内の電磁場を非常に簡単な近似でしか取り扱えないため、3次以上の高次収差の計算ができない。一般には2次までの収差の概算値で十分な時には伝達行列法を用い、より正確な収差の計算と高次収差の値が必要な時には軌道追跡法を用いる。伝達行列法で扱う概念は基本的であり、そのまま軌道追跡法に適用できる。

四重極子内のイオンの軌道方程式は、

$$\frac{d^2 x}{dz^2} + \frac{qG}{mv} x = 0$$

$$\frac{d^2 y}{dz^2} + \frac{qG}{mv} y = 0$$

と置くことができる⁸⁾。ただし、 m は質量、 q は電荷、 v は速度、 G は磁場の強さである。この方程式の解は簡単に求められ、イオンの初期状態を (x_0, x_0') とすると、 X 方向には、

$$x = x_0 \cdot \cos kL + (x_0' / k) \sin kL$$

$$x' = -x_0 \cdot k \cdot \sin kL + x_0' \cdot \cos kL$$

初期状態を (y_0, y_0') とすると、 Y 方向には、

$$y = y_0 \cdot \cosh kL + (y_0' / k) \sinh kL$$

$$y' = y_0 \cdot k \cdot \sinh kL + y_0' \cdot \cosh kL$$

なる解を得る。 x' 、 y' は x 、 y の z に対する一階微分であるが、ここでは軌道の傾きと考えればよい。ただし、 L は四重極子の磁極長、 k は

$$k^2 = qG / mv$$

を満たす定数で強度パラメータ (strength parameter) と呼ばれる。ここで得た解の場合には、 X 方向が集束面で Y 方向が発散面となっている。

ここで四重極子の入口と出口でのイオンの状態をそれぞれベクトル X_0 、 X と

する。

$$X_0 = \begin{pmatrix} x_0 \\ x_0' \end{pmatrix} \quad X = \begin{pmatrix} x \\ x' \end{pmatrix}$$

このとき、ベクトル X_0 と X は伝達行列 Q で対応づけることができる。

$$X = Q X_0$$

伝達行列 Q は、集束面では

$$Q_c = \begin{pmatrix} \cos kL & k^{-1} \sin kL \\ -k \sin kL & \cos kL \end{pmatrix}$$

発散面では

$$Q_d = \begin{pmatrix} \cosh kL & k^{-1} \sinh kL \\ k \sinh kL & \cosh kL \end{pmatrix}$$

と置くことができる。また、四重極子の外側の電磁場のない空間に対しても伝達行列 D を定義できる。

$$D = \begin{pmatrix} 1 & L \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$$

ここで L は空間の長さである。行列 D によって対物距離、焦点距離、四重極子間の空間を表現する。例えば、伝達行列 Q と D を用いて、ダブルレット型のレンズ系内のイオンの軌道を計算するには、

$$\begin{aligned} X &= D_3 Q_c D_2 Q_d D_1 X_0 \\ &= T X_0 \end{aligned}$$

を計算すればよい。ここで T は光学系全体を記述する伝達行列である。

このように伝達行列法では、必要な行列をあらかじめ求めておき、あとは行列計算だけでイオンの軌道の概要を知ることができる。ただし、伝達行列法でわかるのは光学系の入口と出口でのイオンの状態のみであるから、途中の軌道を知りたい場合には、伝達行列を分割する必要がある、その特長である簡便さと高速性を失うことになる。

伝達行列からイオンの軌道が計算できれば、あとはパラメータを変化させながら、焦点面での座標 x_i 、 y_i を計算して、その結果を多項式で適合化することにより、各種の収差が計算できる。ただし伝達行列法では、四重極子内の磁場分布に最も単純な近似を使っているために、計算できるのは2次までの収差に限られる。

2-2-2 イオン軌道追跡法

伝達行列法では四重極子内の磁場を一様であると近似する。すなわち、磁場のスカラーポテンシャル ϕ を

$$\phi = -G \times y$$

とおき、磁場を単純にモデル化する。こうすることにより、イオンの軌道方程式を解析的に解くことができ、四重極子に対応する光学系を1つの伝達行列で記述することが可能となる。

しかし、実際の四重極子内の磁場は理想的な分布には従わない。その原因は四重極子の磁極の不完全性によるものである。実際の四重極子では、磁束の飽和を避けるため完全な放物線形状の磁極を用いていない^{9,17)}。このため、四極磁場以外の高次の磁場成分が現われる。また、磁極の端の部分では一様磁場から無磁場領域に急激に変化するわけではなく、磁極から外に向かって磁場がはみ出して連続的に変化する。このような磁場は、フリンジ磁場 (Fringing Field) と呼ばれ、高次収差の主たる原因となる。実際の四重極子では付随する磁場成分を無視することができないが、伝達行列法では、こうした複雑な磁場分布を扱うことができない。軌道追跡法では、現実 に即した任意の磁場分布を取り扱うことのできるが、解析的にイオンの軌道方程式を解けないので、計算機を用いて方程式を数値的に解いて軌道を計算する。

Lobb はラプラス方程式の一般解を円筒座標系で次のように求めている¹¹⁾。

$$\phi = \phi(r, \theta, z)$$

$$\Delta \phi = 0$$

$$\phi = \sum_{n=1}^{\infty} \cos(n\theta + r_n) \sum_{i=0}^{\infty} a_{n+2i}(z) r^{n+2i}$$

$$a_{n+2i}(z) = \frac{(-1)^i n!}{4^i i! (n+i)!} a_n^{(2i)}(z)$$

$$a_n^{(m)} = \frac{d^m}{dz^m} (f_n(z))$$

ここで n は多極指数 (multipole index) と呼ばれる。四重極子に対応する四極磁場には $n=2$ が対応し、理想的な四重極子では、この項のみを考えればよい。 r_n は位相項であり、各 n ごとに位相が異なることがある。このような磁場のスカラーポテンシャル ϕ から磁束密度を求めると、

$$B = -\nabla \phi$$

$$B_r = \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cos(n\theta + r_n) \sum_{i=0}^{\infty} (n+2i) a_{n+2i}(z) r^{n+2i-1}$$

$$B_\theta = -\sum_{n=1}^{\infty} C_n \sin(n\theta + r_n) \sum_{i=0}^{\infty} n a_{n+2i}(z) r^{n+2i-1}$$

$$B_z = \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cos(n\theta + r_n) \sum_{i=0}^{\infty} \frac{d}{dz} a_{n+2i}(z) r^{n+2i}$$

ここで $f_n(z)$ は形状関数 (shape function) と呼ばれ、 z 方向の磁場分布を与える。本計算では、Enge が分析電磁石のフリンジ磁場の計算に使用した形状関数¹²⁾を用いた。すなわち、

$$f(z) = \frac{1 + e^{C_0}}{1 + e^{P(s)}}$$

$$P(s) = C_0 + C_1 s + C_2 s^2 \dots$$

$$s = \frac{|z - z_1|}{a_0}$$

z_1 はフリンジ磁場の原点、 a_0 は磁極のポーア半径である。 C_n は定数であり、これは Grime らがプログラムコード O X R A Y で使用した値を使用した。すなわち、 $C_0 = -6.0$ 、 $C_1 = 3.5$ 、 $C_2 \dots = 0$ である。図 2-3 に四重極子の磁極と形状関数の関係を示す。 L_p は磁極の実際の長さであり、 L_0 は実効長で、

$$L_p = L_0 + c \cdot a_0$$

と定義する。 c の値は計算値と実験値を比較して決定する。ここでは Grime らが O X R A Y で Heidelberg ビームラインの収差を計算する際に使用した $c = 1.1$ を使った。

本研究では、イオンの軌道計算を伝達行列法と組み合わせて計算した。これは、磁場の無い区間での軌道計算は、伝達行列法で行なう方が計算時間も計算誤差もはるかに少なくすむためである。磁場の存在する区間については、領域を等分割して Runge-Kutta-Gill (R K G) 法で軌道方程式を解いた。区間の分割数は計算結果の精度に大きな影響を与えるが、本計算では、一つの四重極子について 30 分割とした。これは磁場の均一な部分を 10 分割、入口と出口のフリンジ磁場をそれぞれ 10 分割とし、それらを合わせた数である。表 2-3 に、R K G 法での領域分割数が、球面収差係数の計算結果に与える影響について示す。 N_{div} は四重極子内の 3 つの領域それぞれの分割数を表わす。すな

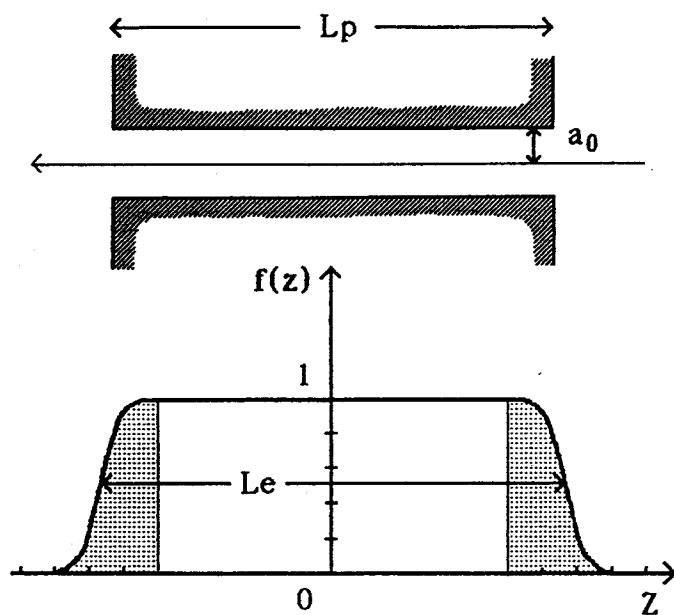


図 2 - 3 四重極子の磁極と磁場の形状関数の関係

表 2 - 3 R K G 法の領域分割数が球面収差の計算値に与える影響

収差	$N_{div}=5$	$N_{div}=10$	$N_{div}=100$
$\langle x \theta^3 \rangle$	-2.67	-2.51	-2.51
$\langle x \theta \phi^2 \rangle$	-14.2	-14.7	-14.7
$\langle y \phi^3 \rangle$	-9.18	-8.92	-8.29
$\langle y \theta^2 \phi \rangle$	-2.60	-2.79	-2.79

わち、一つの四重極子全体では N_{div} の3倍の数に分割される。表2-3より N_{div} が5と10では計算結果の2桁目から3桁目に誤差を生ずるが、10と100では差が見られないことがわかる。従って、計算時間と計算誤差を十分低く抑えるためには、 $N_{div}=10$ とするのが良い。

以上の概念を使用して、イオンビームの軌道計算と収差計算を行なうプログラムコードを開発した。プログラム名はMeVionである。言語はPascalを用いており、MSDOSをOSとしi8086系CPUを持つ計算機上で動作する。計算には数値演算プロセッサi8087を使用し、実数計算の精度はFORTRANの倍精度実数に相当する。

プログラムコードMeVionは、3つのモデルでイオンの軌道計算を行なうことができる。1つは伝達行列法でMatrixモデルと呼ぶ。2つ目はフリンジ磁場を無視した軌道追跡法で、SCOEFF (Sharp Cut-Off Fringing Field) モデルと呼ぶ。3つ目はフリンジ磁場まで考慮した軌道追跡法で、EFF (Extended Fringing Field) モデルと呼ぶ。この分類は、GrimeらのOXRAYでの方法に従った¹⁰⁾。

表2-4は3つのモデルによって計算した収差係数を比較したものである。Matrixモデルでは球面収差を計算できないので、これについては比較できない。2次までの収差を比較すると大きな差は見られず、レンズの縮小率 D_x 、 D_y に関しては全く差がない。このことから2次までの収差の範囲内では、伝達行列法で十分精度の高い結果が得られることがわかる。また、フリンジ磁場の有無は2次までの収差には影響がないことがわかる。

3次の球面収差に関して、SCOEFFモデルとEFFモデルの間で大きく差が生じている。フリンジ磁場の有無が、計算した球面収差係数の値を約1桁変化させていることから、球面収差係数の主たる原因はフリンジ磁場であることがわかった。

MeVionと他の軌道計算プログラムの結果の比較を表2-5に示す。用いたプログラムはMeVionの他に、OXRAY¹⁰⁾とTRACK3¹⁶⁾である。MeVionはEFFモデルで計算した。OXRAYはEFFモデルで計算を行なった結果を引用した。TRACK3は伝達行列法による2次までのプログラムであり、本研究の初期段階でビームラインの特性の概算値を求めるために使用した。計算の対象として、Heidelberg⁴⁾のビームラインを選んでいる。このビームラインは磁気四重極ダブレットレンズを使用し、ビームライン

表 2 - 4 Me V i o n により 3 つのモデルで計算した 3 次までの収差

	Matrix	SCOFF	EFF	
D_x	-4.70	-4.70	-4.70	$\mu\text{m}/\mu\text{m}$
D_y	-21.9	-21.9	-21.9	
$\langle x \theta \delta \rangle$	42.6	42.6	42.2	$\mu\text{m}/\text{mrad}\%$
$\langle y \phi \delta \rangle$	40.9	40.8	39.7	
$\langle x \phi \rho \rangle$	-12.8	-12.8	-13.2	$\mu\text{m}/\text{mrad}^2$
$\langle y \theta \rho \rangle$	-2.8	-2.8	-2.9	
$\langle x \theta \varepsilon_1 \rangle$	-58.6	-58.6	-59.9	$\mu\text{m}/\text{mrad}\%$
$\langle y \phi \varepsilon_1 \rangle$	15.2	15.1	15.4	
$\langle x \theta \varepsilon_2 \rangle$	15.9	15.9	16.9	
$\langle y \phi \varepsilon_2 \rangle$	-56.2	-56.3	-57.8	
$\langle x \theta^3 \rangle$	-	-0.30	-2.51	$\mu\text{m}/\text{mrad}^3$
$\langle x \theta \phi^2 \rangle$	-	-0.58	-14.7	
$\langle y \phi^3 \rangle$	-	-0.86	-8.92	
$\langle y \theta^2 \phi \rangle$	-	-0.11	-2.79	

表 2 - 5 Me V i o n、O X R A Y、T R A C K 3 の比較

	Me V i o n	O X R A Y	T R A C K 3	
D_x	-5.32	-4.6	-5.14	$\mu\text{m}/\mu\text{m}$
D_y	-29.3	-26.4	-28.6	
$\langle x \theta \delta \rangle$	42.1	39.6	42.1	$\mu\text{m}/\text{mrad}\%$
$\langle y \phi \delta \rangle$	38.5	36.5	39.4	
$\langle x \phi \rho \rangle$	-13.3	-12.0	8.51	$\mu\text{m}/\text{mrad}^2$
$\langle y \theta \rho \rangle$	-2.4	-2.1	3.68	
$\langle x \theta \varepsilon_1 \rangle$	-58.1	-52.8	-56.8	$\mu\text{m}/\text{mrad}\%$
$\langle y \phi \varepsilon_1 \rangle$	13.3	12.0	13.2	
$\langle x \theta \varepsilon_2 \rangle$	15.3	13.2	14.3	
$\langle y \phi \varepsilon_2 \rangle$	-54.3	-49.0	-52.9	
$\langle x \theta^3 \rangle$	-2.10	-1.1	-	$\mu\text{m}/\text{mrad}^3$
$\langle x \theta \phi^2 \rangle$	-14.3	-7.9	-	
$\langle y \phi^3 \rangle$	-8.30	-3.1	-	
$\langle y \theta^2 \phi \rangle$	-2.27	-1.6	-	

の仕様が本研究で使用したものに近い。OXRAYによる計算値は Grime らの文献¹⁰⁾ から引用した。

3つのプログラムの結果を比較すると、2次までの収差では Me V i o n と TRACK 3 が非常に近く、OXRAY がわずかに異なっている。ただし、 $\langle x | \phi \rho \rangle$ と $\langle y | \theta \rho \rangle$ に関しては、TRACK 3 の値のみが大きく異なっている。OXRAY による値が他の2つよりも異なっているのは、四重極子の磁場の実効長の与え方が異なっているためではないかと考えられる。Me V i o n と TRACK 3 による計算では、磁極の実際の長さを与えたが、OXRAY では別の与え方をしたものと考えられる。しかし、2次までの収差に関して3つのプログラムは概ね同じ傾向を与えている。

3次収差に関しては Me V i o n と OXRAY のみで比較を行なう。4つの収差係数の大小関係は同じであるが、収差係数の値が Me V i o n の結果の方が大きく、およそ2倍近くの値となっている。この原因は現在のところ不明である。また、Grime らが OXRAY の結果を他のプログラムの結果及び実測値と比較しているが¹⁰⁾、球面収差に関しては2倍以上の差を生ずることもある。このことから、プログラム自体よりも、フリンジ磁場の取扱いについて、まだ改善の余地があると言える。

球面収差係数の計算では、 $-\theta_0 \leq \theta \leq \theta_0$ のように角度範囲を決めてその間を20分割し、各分割点の θ に対して焦点面での x の変位を計算した。その結果を3次多項式で適合化し、得られた多項式の3次の係数を収差係数とした。この時、球面収差係数の値は θ の範囲に独立ではなく、最大(最小)角度 θ_0 に依存する。

図2-4は球面収差係数の最大角度依存性を示す。4つの球面収差係数のどれに対しても、 θ または ϕ が 1 mrad を越えるあたりから、球面収差係数が大きくなっている。これは収差の中に5次の項も含まれているため、角度が大きくなると、それが無視できなくなるためと考えられる。Grime らの計算⁹⁾ では、角度が大きい時には5次項の影響が現れ、角度が小さい時には計算誤差によって収差係数が大きくなる現象が見られたが、図2-4には、まだ計算誤差の影響は出ていない。これは計算を倍精度で行なったため、計算誤差の影響が小さかったためと考えられる。本研究のビームラインではビームの発散角は 1 mrad 以下であるので、球面収差について検討するときには、5次項の影響を考えなくとも良いことが分かった。

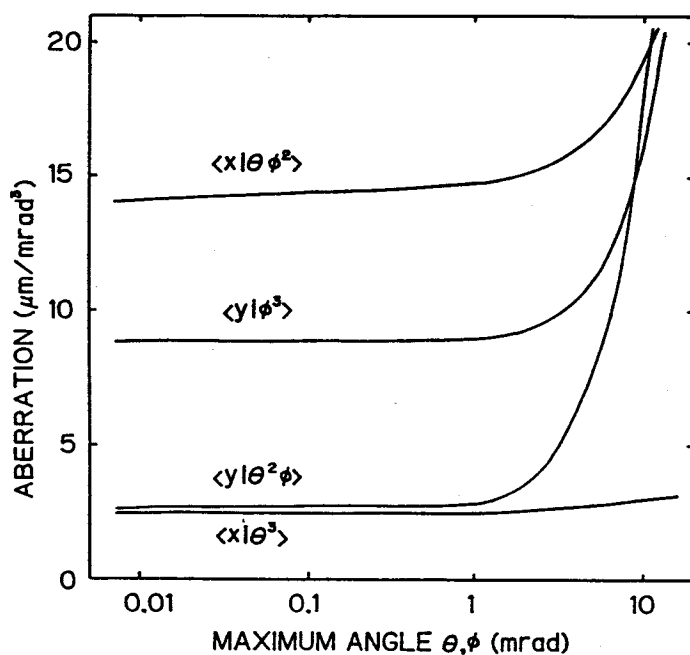


図 2 - 4 球面収差係数の最大角度依存性

2 - 3 収差がビーム径に与える影響の評価

MeVionを用いて計算した収差係数をもとにして、ビームラインの実際のパラメータを与えて、各収差の影響を評価した。表 2 - 6 にその計算結果を示す。収差係数はMeVionのEFFモデルの計算結果を使用した。ここでは、四重極子の変位や傾斜に起因する収差の検討を行なっていない。変位や傾斜に関する収差係数は、無視できる値ではないが、その影響を受けないように四重極子の調整を行なうことが、比較的容易であるためである。

表 2 - 6 の各収差を比較してみると、最も影響の大きいのは色収差である。色収差の影響を避けるには、加速器自体の性能を上げるか、色消しレンズ (Achromatic lens) ^{13,14)} を使用する必要があるが、現在よりもエネルギー分散の小さい高エネルギーイオン加速器の製作は容易ではなく、色消しレンズについてもまだ技術が確立されていない。従って、本研究では色収差の影響についての対策は特に行なわなかった。

表 2 - 6 収差の影響度の計算結果

基礎パラメータ	MeV ion EFFモデル		
	$\theta = 0.3 \text{ mrad}$		
	$\phi = 0.2 \text{ mrad}$		
	$\delta = 0.1\%$		
	$\rho = 0.02^\circ = 0.35 \text{ mrad}$		
	$\varepsilon_1, \varepsilon_2 = 0.05\%$		
色収差	$\langle x \theta \delta \rangle$	$\theta \delta$	$= 1.27 \mu\text{m}$
	$\langle y \phi \delta \rangle$	$\phi \delta$	$= 0.79 \mu\text{m}$
回転方向誤差	$\langle x \phi \rho \rangle$	$\phi \rho$	$= 0.92 \mu\text{m}$
	$\langle y \theta \rho \rangle$	$\theta \rho$	$= 0.31 \mu\text{m}$
励起変動	$\langle x \theta \varepsilon_1 \rangle$	$\theta \varepsilon_1$	$= 0.90 \mu\text{m}$
	$\langle y \phi \varepsilon_1 \rangle$	$\phi \varepsilon_1$	$= 0.154 \mu\text{m}$
	$\langle x \theta \varepsilon_2 \rangle$	$\theta \varepsilon_2$	$= 0.25 \mu\text{m}$
	$\langle y \phi \varepsilon_2 \rangle$	$\phi \varepsilon_2$	$= 0.58 \mu\text{m}$
球面収差	$\langle x \theta^3 \rangle$	θ^3	$= 0.068 \mu\text{m}$
	$\langle x \theta \phi^2 \rangle$	$\theta \phi^2$	$= 0.176 \mu\text{m}$
	$\langle y \phi^3 \rangle$	ϕ^3	$= 0.071 \mu\text{m}$
	$\langle y \theta^2 \phi \rangle$	$\theta^2 \phi$	$= 0.050 \mu\text{m}$

色収差の次に影響の大きいのは、四重極子の回転合わせ誤差と励磁電流変動の影響である。回転合わせ誤差に関しては、非常に高い機械精度で2つの四重極子の調整を行なわねばならず、必要な精度を 0.01° とみなすと、四重極子の中心から10cm離れた場所に設置したマイクロメータで $17 \mu\text{m}$ 以内の精度が必要である。一方、本研究のレンズに用いられたマイクロメータの精度は $20 \mu\text{m}$ であり、また再現性よく四重極子を回転できる機構とはなっていない。このため回転合わせ誤差の調整を行なつて、収差の影響を減らすことは困難であつた。

四重極子の励磁電流変動に関しては、高精度の電流源を使用することによつて収差の影響を容易に減らすことが可能である。しかし、本研究の場合には、電流源の変動そのものよりも、励磁電流値の設定精度に問題があり、これが収差となつて現われているものと考えられる。これに関しては、本章2-5で詳細な検討と実験を行なつた。

球面収差の影響に関しては、四重極レンズ系ではアインツェルレンズとは異なり、八極子 (octupole lens) を挿入することにより球面収差の補正が可能である¹⁸⁾。色収差に対する色消しレンズと同様に、収差の影響を減らすのではなく収差係数の値を減少させることができる。しかし、本研究では表2-6の計算結果から分かるように、球面収差の影響が小さいため、特別な補正を行なわなくても、球面収差の影響を無視できることが分かった。ただし、ビームがレンズ中心から軸ずれを起こすと、球面収差の影響が大きくなる。また、本ビームラインでは、ビームをレンズの前に設置したコイルで試料上に走査しており、広範囲にビームの走査をすると球面収差の影響が無視できなくなる。

球面収差ではX方向とY方向の発散角の影響が複合的に現われるため、この影響を検討する必要がある。図2-5、6は、MeV ionのEFFモデルで計算した、XおよびY方向の球面収差特性である。各曲線は -1 mrad から 1 mrad までの間を20分割し、各分割点に対して計算を行い、その結果を3次多項式で適合化した。図2-5は ϕ をパラメータとして、 θ に関して計算した。図2-6は θ をパラメータとして、 ϕ に関して計算した。

2つの図より、 $\phi = 0$ の時の θ の曲線と、 $\theta = 0$ の時の ϕ の曲線は、いずれもXおよびY座標に小さい変位しか与えないが、 θ と ϕ が同時に増加していくとXおよびYの変位が急速に大きくなっていくことがわかる。従って、 θ と ϕ の位相空間の中で、 θ と ϕ が同時に最大値をとる部分は、球面収差の影響を最大に受けることがわかる。本実験では $\theta = 0.3\text{ mrad}$ 、 $\phi = 0.2\text{ mrad}$ が、発散角の最大値であるので、この値から計算するとX方向には $0.24\text{ }\mu\text{m}$ 、Y方向には $0.11\text{ }\mu\text{m}$ の変位を生ずることが分かった。この値は他の収差の影響に比較して無視できない。 θ と ϕ がともに最大値をとる時の球面収差の影響を減らすことで、ビーム径をより小さくすることが可能である¹⁹⁾。

ここまでの検討は、ビームを構成するイオンの中で最大のパラメータを持つものに関して行なった。例えば、ビームのX方向の発散角は $\theta = 0.3\text{ mrad}$ であるが、ビームの中には $\theta = 0$ から $\theta = 0.3\text{ mrad}$ までのさまざまなパラメータを持つイオンが存在する。従って、上記の検討から直ちに計算上の最小ビーム径を求めることは不可能である。計算上の最小ビーム径を得るには、位相空間上でのイオンの分布を知り、モンテカルロシミュレーション等の方法を使う必要がある^{10,16)}。しかし、どの収差の影響が最も大きいかを評価するには、表2-6の計算でも十分である。

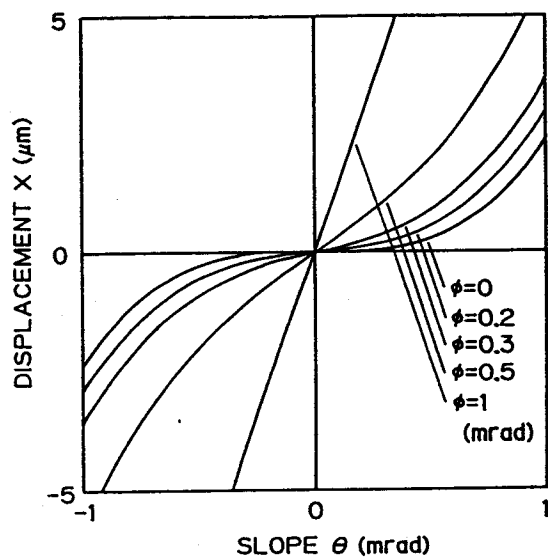


図 2 - 5 X 方向の球面収差特性

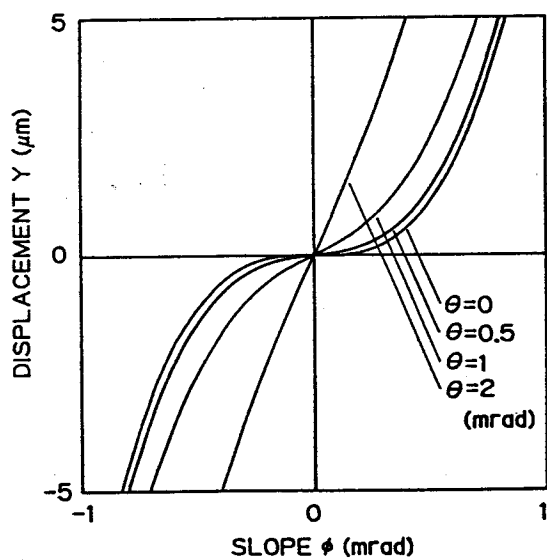


図 2 - 6 Y 方向の球面収差特性

2-4 ビーム径の測定及びビームの集束法

2-4-1 ビーム径の測定方法の比較

イオンマイクロプローブのビーム径を簡単に測定する方法として、ターゲット位置に置かれた石英 (SiO_2) 基板のイオン誘起蛍光発光を、光学顕微鏡で観測する方法がある。発光部の大きさを観測しながら調整することにより、レンズの励磁電流の概算値を知ることができる³⁾。しかし、蛍光の発光量が不足したり、光学顕微鏡の分解能が数 μm に制限されることから、励磁電流の精密な調整は困難である。

励磁電流の概算値を知るもう一つの方法は、イオン光学系の数値シミュレーションを行なうことである^{9, 15, 16)}。数値シミュレーションの精度は、四重極レンズのポールピース付近の磁場分布のモデルに依存する。シミュレーションはレンズの定性的な特性を十分に与えるが、励磁電流の値を高精度に決定することは難しい。伝達行列法を用いて、2次収差までを考慮したシミュレーションでは、5%までの範囲で計算値と実験値が一致している¹⁶⁾。

PMMA (polymethyl methacrylate) のようなレジストフィルムをイオンビームによって露光することによって、ビーム径をサブ μm の範囲まで測定することができる。このビーム露光技術は、本研究の初期段階でビーム集束のための最適励磁電流を調べるのに用いている¹⁵⁾。しかし、本方法はレジストの塗布、大気から真空チャンバー内との試料搬送、照射領域の現像、顕微鏡による露光箇所測定等の、煩雑かつ時間を要する作業を必要とする。レジストの準備のための時間を別にしても、一つのビーム径を測定するのに10分を要する。

アインツェルレンズを用いた電子顕微鏡で、レンズの焦点合わせを行なう時と同様の方法で、二次電子像によってレンズの励磁電流を合わせることもできる。ただし、四重極レンズの場合には、各四重極子に対応する励起パラメータを少なくとも2つ以上独立して合わせなければならない。本測定系では 64×64 画素からなる二次電子像一つを得るのに14秒を要する。イオン加速器のビーム電流の変動が二次電子像の画質を低下させるために、これを避けるには繰り返し走査が必要である。5回の走査により、完全な像を得るまでに70秒必要である。さらに、二次電子像を用いて得られたレンズの調整精度は、操作者の熟練度に依存し客観性を欠くため、アインツェルレンズに比べて励起パラメータが多く調整の困難な四重極レンズ系では、大きな問題となる。

表 2-7 本研究で用いた高エネルギーイオンビーム集束法の比較

集束法	ビーム径 測定時間	長所	短所
光学顕微鏡法	~0 sec	直感的で迅速な操作が可能	ビーム径最小10 μ m程度が限界
計算機シミュレーション法	—	5%以内の精度で励起電流決定可能	シミュレーションのモデルの選択が困難
レジスト露光法(PMMA使用)	~10 min	1 μ m以下のビーム径でも測定可能	レジストの準備と露光後の現像のため時間がかかる
二次電子像法	14 sec (処理時間別)	測定試料上で集束可能/1 μ m以下可能	操作者の熟練度に大きく依存する
コンピュータによるナイフエッジ法	0.3 sec (処理時間込)	迅速かつ客観的/ X・Y独立測定/ 1 μ m以下可能	測定用のパターンを必要とする

本研究では、ビームの強度分布は、金属薄膜の二次電子強度分布を利用したコンピュータによるナイフエッジ法によって測定している。64点からなるビーム強度分布を測定するのに要する時間は最小0.3秒である。5回の繰り返し走査の場合でも1.5秒である。ここまでの各集束法の比較検討を表2-7にまとめた。

2-4-2 コンピュータによるナイフエッジ法

本方法のためのナイフエッジとして、シリコン(Si)基板上の金(Au)の薄膜方形パターンを用いた。これは、AuとSiの間の二次電子放出率の差を利用してナイフエッジの働きをさせるためである。使用したパターンは、電子ビームリソグラフィーとリフトオフ法により作製された鋭利なエッジを持っており、ビーム径を十分な精度で測定することができる。最適なビーム径を得るためには、縦方向と横方向の両方のビーム径を交互に測定する必要があるが、

縦と横の両方向にエッジを持つ方形パターンは、この要求を満たしている。Auパターンの大きさは $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ で、 $50 \mu\text{m}$ 間隔に配置されている。Au薄膜の厚さは $700 \text{\AA}$ である。AuパターンはSi基板上の $1 \times 1 \text{cm}^2$ の範囲に形成されており、エッジにビームを移動するための手間をかけないで、どこでもビームの強度分布を測定することができる。

ビームをAuエッジ上に走査して得た二次電子強度曲線を微分すると、ビームの分布が得られ、ビーム径を一目で知ることができる。しかし、微分強度分布はノイズやビーム電流の変動の影響を受けやすい。図2-7はAuエッジの二次電子強度について、平滑処理前後の分布曲線を比較したものである。図2-7(a)と(c)は、それぞれ強度分布および微分強度分布の未処理の曲線を示し、図2-7(b)と(d)は、それぞれ図2-7(a)と(c)の平滑処理後の曲線を示す。平滑処理は7点の多項式適合法⁴⁰⁾により行なっている。

微分強度分布に重畳するノイズのため、図2-7(c)からビーム径を正確に測定できない。一方、図2-7(d)では測定系のノイズとビームの電流変動の影響はかなり抑えられており、微分強度分布からビーム径を容易に測定できる。一方、平滑化を図2-7(b)に対しても行なっているが、強度分布は元来滑らかな形状であるため改善の程度は明らかではない。このように、微分強度分布はノイズに対して敏感であるため、ナイフエッジ法は適当な平滑処理と併用する必要がある。

最も簡単な平滑法としては移動平均法があるが、この方法ではノイズばかりかビームの強度分布までも平滑するので、ビーム径を正確に測定できない。一方、本研究では各データ点は二次曲線に適合化するので、強度分布曲線の変形は十分抑えられる。

平滑処理は未処理データ列と重み関数とのたたみこみ演算を必要とするが、ノイズやビーム電流の変動の影響を十分抑えるためには、さらに多重走査をしなければならない。四重極レンズの励磁電流を調整し、ビームの分布を短時間で測定するためには、コンピュータによるデータ収集系が必要である。

本研究では、ビームの走査、二次電子強度の測定、データの平滑化、分布曲線の表示等の一連の処理をマイクロコンピュータで制御している。64点からなる強度分布を得るための処理時間は、一回の走査あたり0.3秒で、励磁電流の調整とビーム径の測定を交互に行なうことによって、精度良く短時間にビームを集束できる。

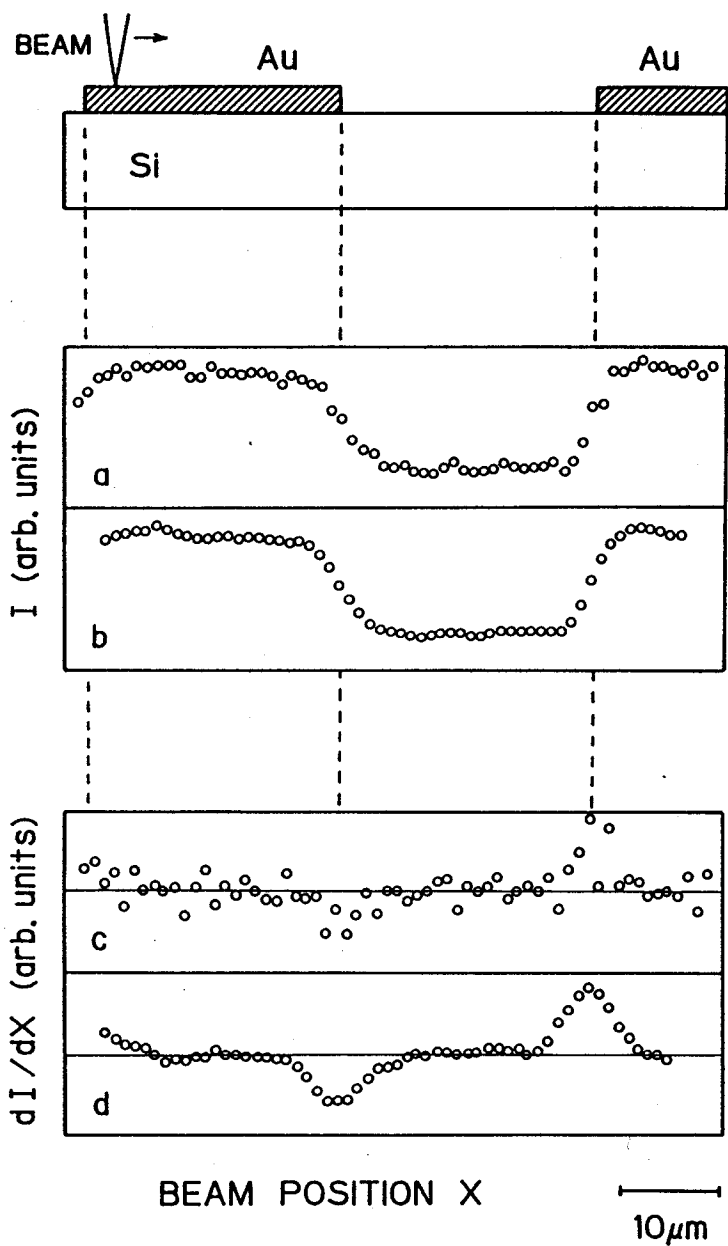


図 2-7 Au パターンのエッジを横切ってマイクロビームを走
 査したときの二次電子強度分布。上部の図は Si 基板上の Au パタ
 ーンの配置。 (a)、(b) : 強度分布。 (c)、
 (d) : 微分強度分布。 (b) と (d) を平滑化した。

図2-8に、コンピュータによるナイフエッジ法動作中のコンピュータ画面を示す。中央のウィンドウは、Au方形パターンの二次電子像である。左側と上側の副ウィンドウには、中央のウィンドウに白い指準線で示す位置の、二次電子強度分布を表示している。右側の副ウィンドウは、中央のウィンドウの二次電子強度に対応する色を示す。

ナイフエッジとして使用するAuパターンは、二次電子像を観察しながら決定するため、ビーム分布の測定に適したエッジを、試料の移動なしに選択できる。このように、コンピュータによるナイフエッジ法と二次電子像の組合せにより測定が容易になることがわかる。この特長を生かして、加工ミスや繰り返しのイオン照射によって生じた、好ましくない欠陥パターンを避けて測定を行なうことができる。

図2-8(a)はレンズの励磁が不完全なため、ビームの集束が不十分な状態を示している。特に水平方向の焦点が合っていない。ビーム径がAu方形パターンの大きさに近い場合、2つのエッジが干渉し合うため、微分強度分布は正しいビームの分布を示さない。このため、焦点が合っていない状態から、レンズの励磁を概算値まで調整する場合には、図2-8に示すように強度分布を用いる。調整は強度分布曲線が鋭いエッジを持つようになるまで繰り返す。

図2-8(b)は、ほぼ焦点が合った状態を示している。ビーム径は方形パターンよりも十分小さいので、微分強度分布はAuパターンのエッジの所でビームの強度分布を与える。微分強度分布を構成するデータの点数は平滑化処理により64から57に減る。図2-8(b)にはいくつか左右非対称なビーム分布が見られるが、これはSi基板とAuパターンの間の段差が原因である。ビーム径を半値幅(FWHM)で評価する場合には非対称性のビーム径への影響は無視できる。

本研究で用いたコンピュータによる焦点調整技術を、先に大阪大学に設置したビームラインで最小ビーム径を調べる実験に使用した。得られた最小ビーム径は $0.7\mu\text{m} \times 0.9\mu\text{m}$ であった⁴⁹⁾。

図一上(2タ側b)一画と8面左をコ中のす。シ中央副ピのウ(ユウイ使用ーインビにドウーよはムるは、：ナ方を0イ形れフパぞ4エタれMジン度V法の(の動2aH作次)eの時電と*)の子微コ像分ンを強ビ示度ユす。

2-5 励磁電流誤差のビーム径への影響

本研究に使用したレンズの励磁電流源は最大5 Aまで供給可能で、その電流安定性は0.05%である。出力電流値は4桁のデジタルパネルメータで監視しながら調整を行なった。設定値はパネルメータの下1桁の範囲で誤差を生ずるが、最大誤差は0.04%に相当し、電源の持つ電流安定性の値よりも小さい。このため、励磁電流が原因となる収差は、設定誤差よりも電流源自体の性能によって決まると考えてよい。

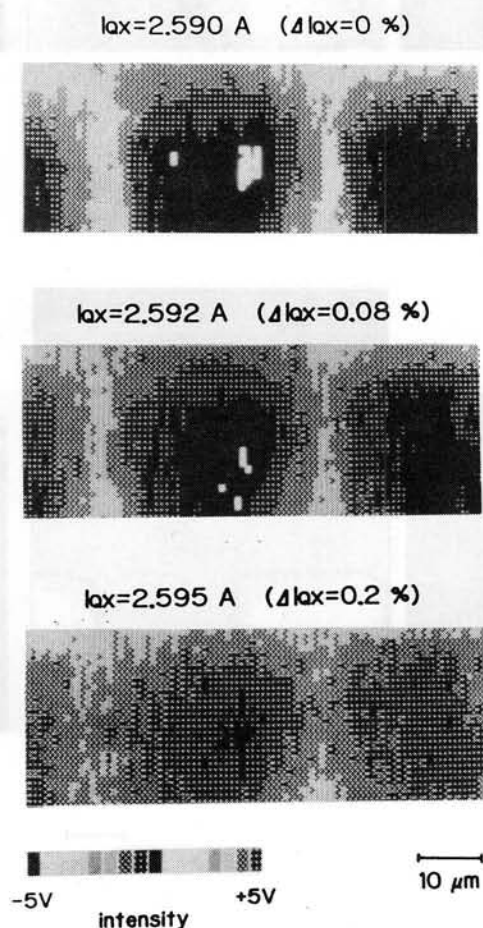


図2-9 Si基板上に形成したAu格子パターンの二次電子像。四重極磁気レンズの異なる3つの励磁電流の値に対応する。

図2-9は3つの励磁電流値に対する金(Au)格子パターンのイオン誘起二次電子像を示している。 I_{qx} はX方向に集束作用を持つ四重極子の励磁電流である。ここでは、 I_{qx} を最適値2.590 Aから変動させた時の二次電子像の変化を見ている。このときの対物スリットの開きは $13 \times 60 \mu m^2$ であり、X、Y方向ともに最適な励磁電流の時には $3 \times 3 \mu m^2$ のビーム径が得られる。Au格子は厚さ200 Å、幅 $5 \mu m$ 、周期 $20 \mu m$ で、紫外線露光とリフトオフ法によってシリコン基板上に形成した。 I_{qx} の設定偏差0.08%の時にはわずかに格子像の劣化が見られる。0.2%の時にはさらに劣化が起こり、格子を十分に分解できない程にビーム径が増加している。

図2-10は1.5 MeV He^+ に対するレンズの励磁電流の変動が、Y方向のビーム径に与える影響を示している。 I_{qy} はY方向に集束作用を持つ四重極子の励磁電流である。上部横軸は I_{qy} の最適値からのずれを%単位で示している。ビーム径の測定はコンピュータによるナイフエッジ法を用いて行なった。励磁電流(I_{qy})が最適値3.950 Aから変動するとともに、ビーム径は急峻な増加を見せている。 I_{qy} の0.5%の誤差によってY方向に80%のビーム径の増加が見られる。以上の結果から、最小ビーム径を得るための最適励磁電流は、少なくとも0.1%以内の精度が要求されることが分かる。

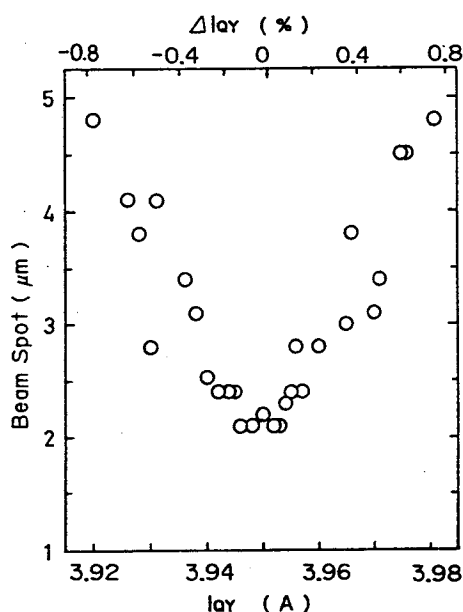


図2-10 四重極磁気レンズの励磁電流に対するY方向のビーム径の変化。上部座標軸は励磁電流3.95 Aからの偏差を表わす。縦方向のスリットの開き幅は $30 \mu m$ である。

2-6 最小ビーム径の実現

2-6-1 ヘリウム (He^+) に対する最小ビーム径

図2-11は、1.5 MeV He^+ ビームを使用した時の、対物スリット幅に対するビーム径の依存性を示している。実線はX, Y方向それぞれに対するレンズの縮小率を示す。収差の影響がない範囲では、ビーム径は対物スリット幅に比例し、実線に沿った特性を示すはずであるが、図2-11のビーム径は実線で与えられる値よりも大きい。これは色収差・回転合わせ誤差とその他の固有収差（球面収差など）のためである。X方向のビーム径は対物スリット幅 $10\ \mu\text{m}$ 以下で飽和し、Y方向のビーム径は対物スリット幅 $5\ \mu\text{m}$ 以下で飽和している。

本実験で得られた最小ビーム径は $0.9 \times 1.2\ \mu\text{m}^2$ である。初期の実験¹⁶⁾での最小ビーム径 $1.3 \times 2.2\ \mu\text{m}^2$ よりも小さい値を得た。初期の実験ではレンズの励磁電流設定精度は0.4%であり、励磁電流の調整は二次電子像のみを見ながら行なってきた。このため、励磁電流精度の改善とコンピュータによるナイフエッジ法の導入が、最小ビーム径の大幅な低減化を実現したことが分かる。

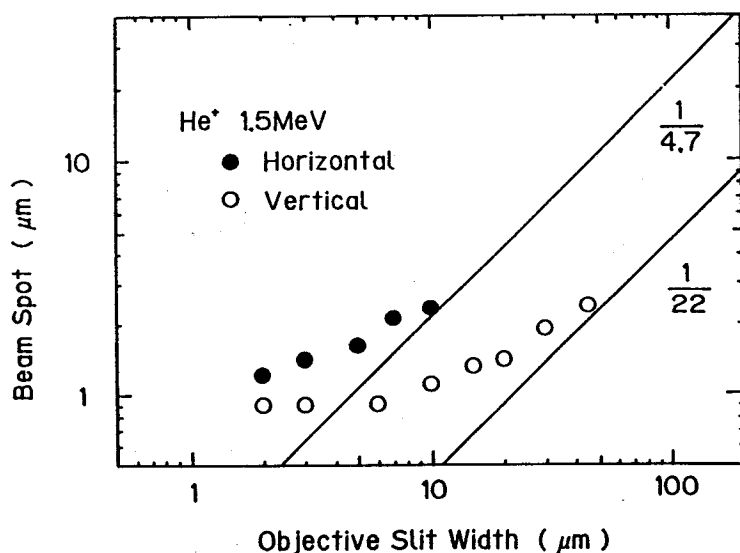


図2-11 1.5 MeV He^+ を用いた時の対物スリットの開き幅に対するX方向とY方向のビーム径の変化。

図2-12はビーム径1.0 μm を得た時の、二次電子強度分布・微分強度分布曲線を示している。Y方向の対物スリット幅を2 μm とし、走査幅11 μm 、データ点数64点でコンピュータによるナイフエッジ法を用いた。上部はビーム走査法の概念図である。中心は強度分布、下部は微分強度分布である。微分強度分布に見られるように、ビームの分布はガウス分布で近似できる。対物スリットを通過するビームの分布は一様であるが、スリットエッジでの散乱と寄生・固有収差により、最終的なビーム径は方形分布から変形してガウス分布に近づくものと考えられる。

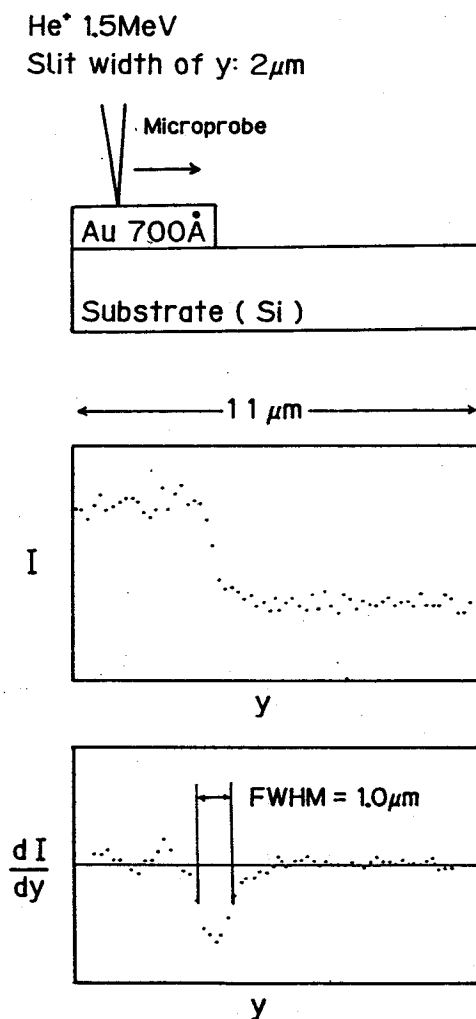
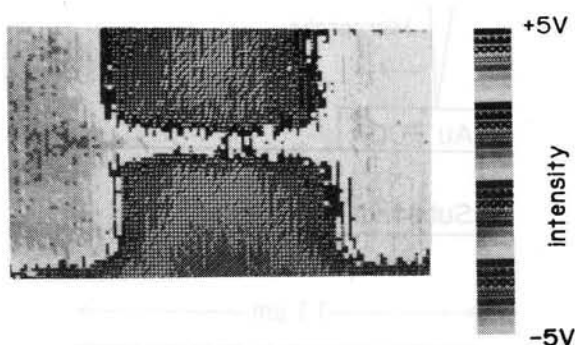


図2-12 Si基板上のAuパターンのエッジを横切る形にビームを走査して得た二次電子強度分布と微分強度分布。Y方向に對して1.0 μm (半値幅)のビーム径を得たことわかる。

図2-13は、1.5 MeV He^+ ビームと35 keV電子ビームとで得た、幅1 μm のAu細線の二次電子像を比較したものである。Au細線は10 $\times$ 10 μm^2 の大きさを持つ電極パターンを結ぶ形で、シリコン基板上に形成した。この時の対物スリット幅は5 $\times$ 10 μm^2 である。ビーム径とAu細線の幅がほぼ同じであるために、二次電子像での線幅はわずかに太い。特に、電極パターンの近傍では、X方向の分解能の影響を受けてさらに太くなっている。しかし、集束 He^+ ビームで得られた二次電子像から、1 μm の幅が十分観測できる。

(a) 1.5 MeV Helium Ion Beam



(b) 35 keV Electron Microscope

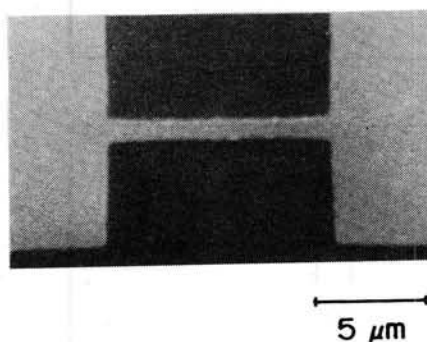


図2-13 幅1 μm のAu線の二次電子像。(a)は1.5 MeV He^+ 集束ビームで得た像。(b)は35 keVの電子顕微鏡で得た像である。

図2-14は同じ幅 $1\mu\text{m}$ のAu線のRBSマッピング像を示す。比較のため同じ条件でとった二次電子像を示す。横方向のAu線については、どちらの像でも十分に観測できている。一方、縦方向のAu線については、その存在はわかるが、幅を評価できないほどに像が広がっている。これは、図2-13と同様にビーム電流の増加を目的としてX方向の対物スリットを開いているためである。

RBSマッピング像は二次電子像と比較して像が不鮮明である。これは図からもわかるように、1画素あたりのカウント数が少なく統計誤差の影響を受けているためである。 $10\mu\text{m}$ 角の電極パターンの部分でも7から8しか収量がない。この時S/N比は少なくとも2.8 (4.5 dB)であり、統計誤差による影響が大きい。これを改善するためには、ビーム電流を増やす必要がある。ただし、Si上のAuパターンのRBSマッピング像のようにAuとSiのスペクトルが重畳しない場合には、統計誤差を改善すれば、ビーム電流変動などのノイズの影響を受けにくいので、二次電子像よりも鮮明な像が得られる⁵⁹⁾。

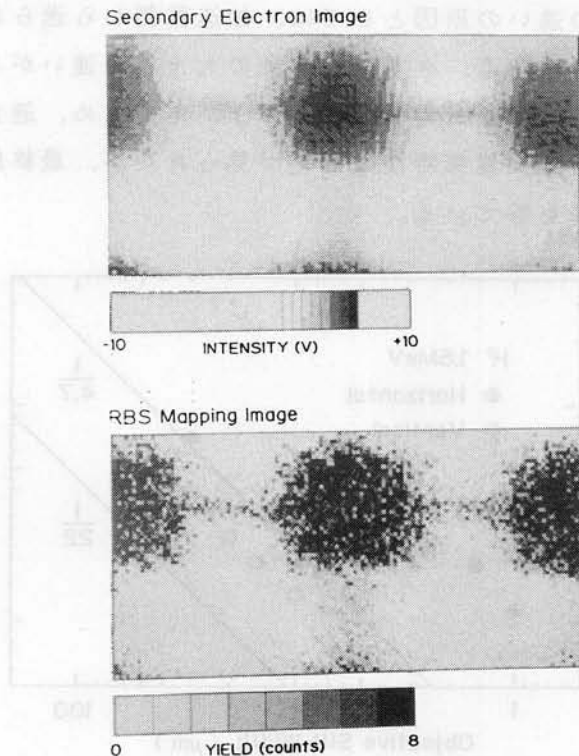


図2-14 1.5 MeV He^+ で得られた幅 $1\mu\text{m}$ のAu線のRBSマッピング像。比較のため同時にとった二次電子像を示す。

2-6-2 プロトン (H^+) に対する最小ビーム径

図2-15は、1.5 MeV H^+ ビームを使用した時の対物スリット幅に対するビーム径の依存性を示している。実線はX, Y方向それぞれに対するレンズの縮小率を示す。得られたビーム径は $1.4 \times 1.2 \mu m^2$ である。X方向のビーム径は、スリット幅が $30 \mu m$ から $40 \mu m$ 付近で、レンズの縮小率から計算された値に近くなっている。スリット幅を狭くした場合にはビーム径は $1 \mu m$ に近づくが収差による飽和はこの実験では観測できなかった。一方、Y方向のビーム径は、スリット幅が広い時には、縮小率から計算される値よりはあるかに大きい。スリット幅を狭くした時には、収差によるビーム径の飽和が見られる。

図2-11に示したように、 He^+ ビームではスリット幅が大きい時にはビーム径は縮小率から計算された値に近づき、スリット幅が小さい時にはビーム径は収差により飽和する。理想的には He^+ と H^+ との間にイオン光学系の差はなく、レンズの励磁電流さえ変更すれば同じ特性が得られるはずである。 H^+ と He^+ の集束特性の違いの原因としては、加速器側から送られるビームのエネルギー変動やビームの軌道、スリット散乱の大きさの違いがあげられる。X方向のビーム径に関してはビーム径にばらつきがあるため、適合化を行い最小ビーム径を決定している。集束特性には差が見られたが、最終的なビーム径は He^+ ビームに近い値を得ている。

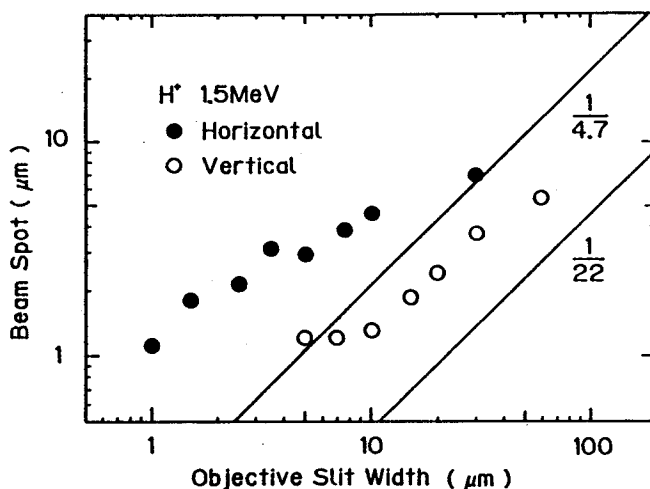


図2-15 1.5 MeV H^+ を用いた時の対物スリットの開き幅に対するX方向とY方向のビーム径の変化。

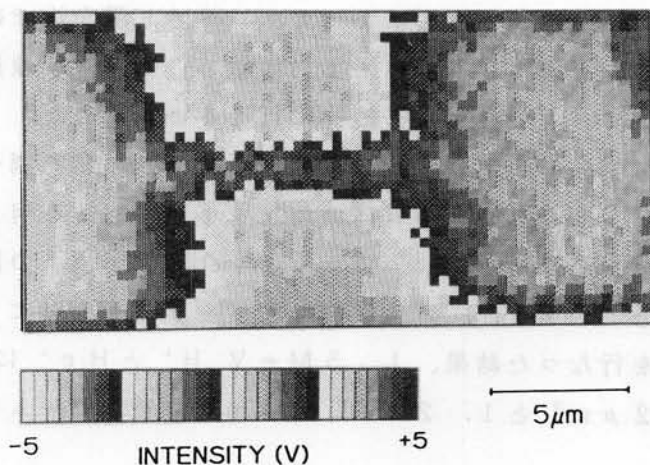


図 2 - 1 6 1. 5 M e V H^+ で得た幅 $1 \mu m$ の A u 線の二次電子像

図 2 - 1 6 は最小ビーム径の $1.5 \text{ MeV } H^+$ で得た幅 $1 \mu m$ の A u 線のイオン誘起二次電子像である。観察したパターンは図 2 - 1 3、1 4 と同じものである。A u 線の両側にある方形の電極パターンの角が丸くなっているが、幅 $1 \mu m$ の線を、ほぼ同じ太さで観測でき、約 $1 \mu m$ のビーム径を得たことが分かった。

2 - 7 まとめ

M e V のエネルギーを持つ H^+ 、 He^+ ビームの最適な集束を行なうために、磁気四重極ダブレットからなるイオン光学系の収差を検討した。収差係数の計算には、磁気四重極レンズのフリンジ磁場を考慮したイオン軌道追跡法を用いた。収差のビーム径への影響を計算した結果、色収差、回転合わせ誤差、励起変動の順に影響が大きかった。球面収差の影響に関しては、他の収差の影響に

比べて十分小さく問題がないことが分かった。

ビームの集束を高速に行なうために、コンピュータによるナイフエッジ法を考案した。ナイフエッジとして、シリコン基板上に形成したAuの薄膜パターンのエッジを利用した。この方法によって、レジスト露光法では約10分を要したビーム径の測定を最小0.3秒にまで短縮し、二次電子像法では操作者の熟練度に依存するビームの集束を客観的に行えるようにした。

四重極子の励磁電流の設定精度がビーム径に与える影響を調べ、0.5%の励磁電流の変動が、80%のビーム径の増加をまねくことを明らかにした。励磁電流変動の影響を防ぐためには、少なくとも0.1%以下の励磁電流の設定精度が必要なことが分かった。励磁電流の精度を0.04%にまで改善し、ビーム径の最適化を行なった結果、1.5 MeV H^+ と He^+ に対して、それぞれ $1.4 \times 1.2 \mu m^2$ と $1.2 \times 0.9 \mu m^2$ の最小ビーム径を得た。

第3章 多層構造の三次元分析

3-1 RBS（後方散乱）法の原理

後方散乱法は、数100 keVから数MeVのエネルギーに加速したイオンビームを試料に照射し、試料後方に散乱されたイオンのエネルギー分布を調べることにより、試料の深さ方向の元素分布を非破壊で得ることができる分析法である。正式にはラザフォード後方散乱法（Rutherford backscattering）と呼ばれ、略称としてRBS法という名前が用いられる。この名称は1911年に最初に金属箔中での α 線の後方散乱実験を行なった Ernest Rutherford にちなんで名付けられたものである。ラザフォードらの実験は、1898年にトムプソンらが提唱した原子核模型の当否を検討するために行なわれたもので、現在のRBS法の目的とは大きく異なっている。この当時加速器は無く、 α 線源としては天然の放射性同位体元素を使用している。散乱粒子は写真乾板を感光することによって検出している。

RBS法の原理は単純には2つの現象で記述できる。1つは、入射イオンと標的原子との二体衝突である。この時のエネルギーの移動は弾性散乱過程で考えることができ、これをラザフォード散乱と呼ぶ。もう1つは、試料中を入射イオンが通過する時のエネルギー損失である。これには電子との相互作用と原子核との相互作用の二つがあるが、ラザフォード散乱に用いる高エネルギー領域では原子核との相互作用は無視することができる。入射イオンが試料中を通過する際に、電子を励起することによってエネルギーを失う過程のみを取り扱えばよい。

図3-1は後方散乱現象の概念図を示している³¹⁾。エネルギー E_0 で試料表面に対して角度 θ_1 で入射したイオンが、深さ x に到達するまでの間に電子励起によってエネルギー $E_0 - E$ を失う。次に深さ x にある試料原子との弾性衝突によってエネルギー $E - kE$ を失う。最後に弾性衝突の結果、試料表面に対して θ_2 で散乱されたイオンは深さ x から表面に達するまでの間に電子励起によってエネルギー $E_1 - kE$ を失う。結果として検出器に検出される散乱粒子のエネルギーは E_1 である。試料原子との弾性衝突によって失うエネルギーは元素固有であり、試料中をイオンが通過する際に失うエネルギーは深さに依

存する。従って、エネルギー E_1 を検出することにより、特定の元素の存在する深さを知ることができる。

RBS法で得られるスペクトルは、後方散乱粒子のエネルギーに対するヒストグラムの形をとる。図3-2は、一様な単一元素からなる試料のRBSスペクトルの概念図を示している³¹⁾。スペクトルのエッジ kE_0 は、試料表面で散乱した入射イオンのエネルギーを示す。表面散乱の場合には、電子励起によるエネルギー損失がないので、分析している元素を一意に決定できる。エネルギー E_1 は kE_0 より低く $E_{1,i}$ はそれぞれ対応する深さの元素の分布を示す。スペクトルの高さ $H(E_{1,i})$ は、元素の密度、散乱断面積、入射イオンの照射量、測定系の構成に依存して決まる。

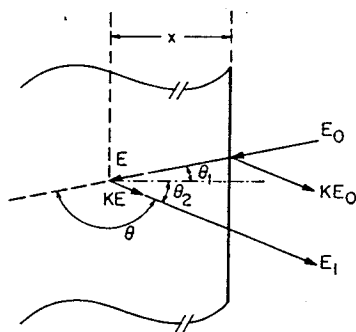


図3-1 後方散乱の概念図。入射イオン M_1 が深さ x にある試料原子 M_2 で散乱する様子を示している。

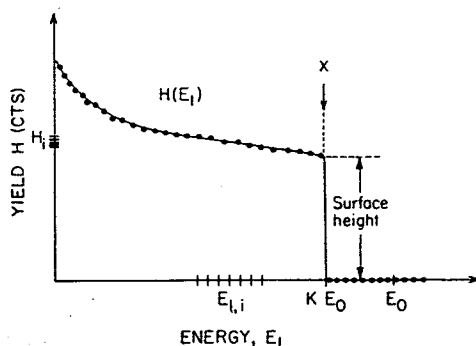


図3-2 RBSスペクトルの概念図

RBSスペクトルを規定するパラメータは4つある。

(1) k : k 因子 (kinematic factor)

(2) ϵ : 阻止能 (stopping cross-section)

(3) $d\sigma/d\Omega$: 微分散乱断面積

(differential scattering cross section)

(4) $\delta\Delta E$: エネルギーストラグリング (energy straggling)

以下にそれぞれのパラメータについて詳しく述べる。

k 因子は入射イオンと標的原子との二体衝突により、入射イオンが失うエネルギーの比率を与える。図3-3に示す系を考え、入射イオンの質量を M_1 、速度を v_0 、エネルギーを E_0 とする。質量 M_2 の試料原子に衝突した結果、散乱した入射イオンの速度を v_1 、エネルギーを E_1 とする。また試料原子の速度を v_2 、 E_2 とする。ただし $M_2 > M_1$ であるとする。衝突の前後で運動量とエネルギーの保存則が成立し、

$$\frac{1}{2} M_1 v_0^2 = \frac{1}{2} M_1 v_1^2 + \frac{1}{2} M_2 v_2^2$$

$$M_1 v_0 = M_1 v_1 \cos \theta + M_2 v_2 \cos \phi$$

$$0 = M_1 v_1 \sin \theta - M_2 v_2 \sin \phi$$

上記の3式から標的原子に関する変数 ϕ と v_2 を消去することにより、

$$\frac{v_1}{v_0} = \frac{(M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2}$$

k 因子の定義から、

$$k = E_1/E_0 = v_1^2/v_0^2$$

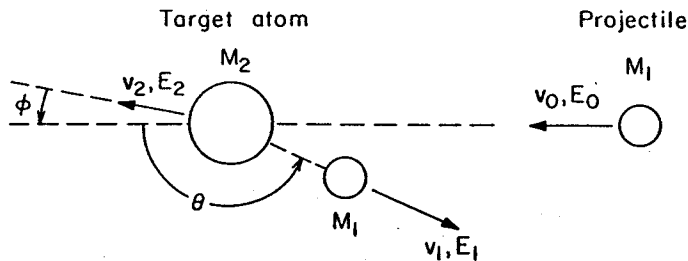


図3-3 k 因子の計算を行なうための二体衝突の概念図³¹⁾

従って、

$$k = \left[\frac{(M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} \right]^2$$

を得る。この k が質量 M_2 の試料原子に衝突した入射イオンのエネルギー損失の比率を与える。

阻止能 ε は核阻止能 ε_n と電子阻止能 ε_e の和であるが、RBS法で用いるエネルギー領域では $\varepsilon_n \sim 0$ である。従って $\varepsilon \sim \varepsilon_e$ とみなせる。阻止能 ε は入射イオンが単位距離あたり失うエネルギー dE/dx を求めるための基礎パラメータで、エネルギーに依存した関数である。 ε の定義は、標的の密度を N とすると、

$$\varepsilon = \frac{1}{N} \frac{dE}{dx}$$

である。 ε の値は理論的にも計算が試みられているが、実際には実験データから求めた値を多項式等で近似した関数を与えられており³¹⁾、RBS法の計算には、この近似関数を使うことが多い。エネルギー E_0 を持つ入射イオンが深さ x_0 に達した時のエネルギー $E(x)$ は

$$E(x) = E_0 - \int_0^{x_0} N \varepsilon(E) dx$$

と表わすことができる。

微分散乱断面積 $d\sigma/d\Omega$ は入射イオンが試料原子で散乱される確率を与える。散乱断面積は散乱角（検出器の位置する角度） θ と立体角（検出器の検出面の大きさを示す） Ω に依存する関数であるので、 θ をパラメータとし Ω の微分の形で与える方が実際の計算には適している。散乱角 θ が決まっている時、平均微分散乱断面積 σ は次の様に定義する。

$$\sigma = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \frac{d\sigma}{d\Omega} d\Omega$$

平均微分散乱断面積を用いて検出器に検知される全検出粒子数 A は

$$A = \sigma \Omega Q N t$$

と表す。ここで Q は入射イオンの総数、 N は試料原子の密度、 t は対象とする試料の厚さを示す。RBSスペクトルの高さ H は、測定系の構成から決まる t を与えることによって求められる。RBSスペクトルはエネルギーに対する検出粒子数のヒストグラムであるが、ヒストグラムの各要素をチャネルと呼ぶ。チャネルは一定のエネルギー幅 δE を持ち、 i 番目のチャネルのエネルギー幅

に対応する厚さ t は次のように決まる。

$$\delta E = \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E=E_{1,i}} t$$

この式より

$$t = \delta E / \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E=E_{1,i}}$$

ここで $E_{1,i}$ は、このチャンネルに対応するエネルギーである。この t により $H(E_{1,i})$ を計算することができる。

エネルギーストラグリング $\delta \Delta E$ は、入射イオンが試料中の一定の厚さ Δx を通過する際に失うエネルギー ΔE の分布を与える。 ΔE は必ずしも一定ではなく、ばらつきを持っているが、その分布はガウス関数で表わすことができ、 $\delta \Delta E$ はガウス関数の標準偏差の値に相当する。エネルギーストラグリングは測定精度の物理的な限界を示す。測定系のエネルギー検出精度を 0 にしても $\delta \Delta E$ で決まる値以上に深さ方向の精度は上げられない。 $\delta \Delta E$ の値については、ボーア (Bohr) が古典モデルで次の様な理論式を導いている。

$$(\delta \Delta E)^2 = N Z_2 4 \pi (Z_1 e^2)^2 \Delta x$$

Z_1 、 Z_2 はそれぞれ入射イオンと試料原子の原子番号である。この式から得られる値はボーアストラグリング (Bohr straggling) と呼ばれる。

3-2 RBS法を用いた三次元分析

RBS法では試料中の元素の深さ分布を調べることができるが、多層構造試料をRBS法で分析した時、その深さや膜厚がスペクトルにどのような変化を与えるかを、計算で求めたスペクトルを使って示す。図3-4はシリコン (Si) 上の二酸化シリコン (SiO_2) とモリブデン (Mo) の多層構造のRBSスペクトルである。これは集積回路上の配線層を想定した構成となっている。図3-4 (a) は基本スペクトルである。(b) は第1層の SiO_2 層の厚さを2倍にしている。すなわち、Mo層の深さを2倍にしたことに相当する。(c) はMo層の厚さを2倍にしている。RBSスペクトルの計算にはRUMP³²⁾を用い、ビームのエネルギー、測定系の構成は実際の実験で用いた条件とした。検出器 (SSD) の散乱角は 140° で、 He^+ の照射量は $10 \mu\text{C}$ であ

る。

SiとOの信号は複雑な形状を示し、簡単に深さ情報を知ることはできない。一方、Moの信号は深さ情報を単純に反映している。Mo層が深くなった時、Mo信号は低エネルギー側に移動し、Mo層が厚くなった時にはスペクトルの幅が広がっている。エネルギーを深さに換算することで、SiO₂層下にあるMo層の状態を非破壊で知ることができる。このときのMoのスペクトルの形状は、直感的に理解できる形でMo層の状態を示す。

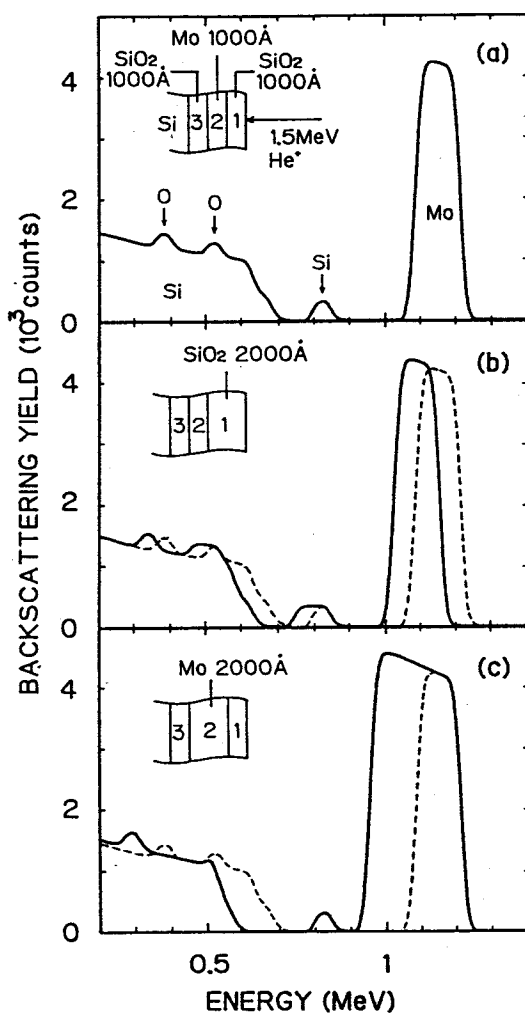


図 3-4 RBS法による元素の深さ分析の例。絶縁層中のMo層に対するスペクトルを示す。(a)基本スペクトル。(b)Mo層が深くなった場合。(c)Mo層が厚くなった場合。

また、図3-4はスペクトルの高さが元素によって異なっていることも示している。図に現われている3つの元素の内ではMoのスペクトルが最も高く、Oが最も低い。これは、質量の大きい元素ほど、散乱断面積が大きいためである。このことは、RBS法による元素の深さ分析が、絶縁層中の配線層を調べるのに適していることを示している。半導体集積回路では、絶縁層としてSiO₂やSi₃N₄を用い、配線層にはAl、Mo、WやAuなどの金属あるいはそのシリサイドを用いる。これらの間には、絶縁層の元素は軽く、配線層の元素は重いという関係がある。従って、絶縁層中の配線層に対しては高い信号比を得ることができる。厚い試料では、それぞれのスペクトルが重畳することになるが、このような場合でも、配線層の信号を絶縁層の信号から、高いS/N比で分離することができる。その際のS/N比は二つの層を構成する元素の質量に依存する。

図3-4は、通常のRBSスペクトルから、内部層の深さ分布が読み取れることを示している。測定ビームとしてマイクロプローブを用いると、局所的な深さ分布がわかる。さらにマイクロプローブを走査すれば、深さ分布の位置依存性が得られる。図3-5はマイクロプローブによるRBS法を用いた非破壊三次元分析法の概念図を示す。XおよびY方向に二次元的にマイクロプローブ

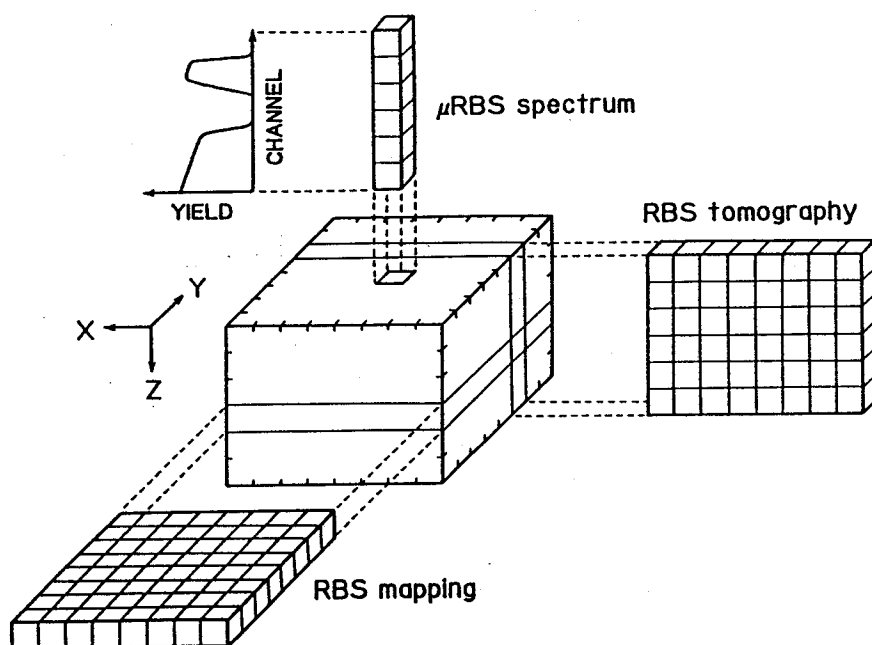


図3-5 RBS法を応用した三次元分析法の概念図。

ブを走査して、各座標でそれぞれ独立した局所RBSスペクトルを測定する。Z方向はRBSスペクトルのチャンネル番号に対応し、チャンネル番号は深さに換算できる。図の中央の直方体状のデータ集合が、三次元分析の基本となるデータである。データの各要素はスペクトルの高さ（後方散乱収量）を示す。これを、

$$A = A(x, y, n)$$

とおく。Aは検出された粒子数、xとyは座標、nはチャンネル番号である。チャンネル番号nは次式によってエネルギーに変換できる。

$$E = \delta E \cdot n + E_0$$

E_0 は $n=0$ のときのオフセットエネルギーである。 δE は1チャンネルあたりのエネルギー幅である。

基本データ集合から特定のチャンネル範囲のデータを引き出すと、特定深さの元素の二次元分布が得られる。これをRBSマッピング像 (RBS-mapping image) と呼ぶ。RBSマッピング像のデータ集合を、

$$A_m(x, y) = \sum_{n=n_0}^{n_1} A(x, y, n)$$

と表す。チャンネル番号 n_0 、 n_1 はエネルギーウィンドウを定義する。すなわち、

$$E_1 = \delta E \cdot n_0 + E_0$$

$$E_2 = \delta E \cdot n_1 + E_0$$

$$E_1 \leq E \leq E_2$$

エネルギーEの範囲の検出粒子数を積分した結果が、RBSマッピング像の1画素にあたる。概念の上ではRBSマッピング像のデータは、基本データ集合から引き出したデータを積分して得られるが、実際の実験ではシングルチャンネルアナライザー (SCA) を使用して、データ測定時に積分を行なっている。これにより、データを蓄積するためのメモリー容量が大幅に節約できるが、測定の後にエネルギーウィンドウを変更したり、複数のウィンドウ領域を同時に測定することはできない。

基本データ集合から特定のXまたはY座標のデータを引き出すと、その位置の試料の断面での元素分布を知ることができる。これをRBS断層観察像 (RBS-tomography image) と呼ぶ。RBS断層観察像のデータ集合を、

$$A_t(x, n) = A(x, y_0, n)$$

と表す。ここで、 y_0 は断面を測定する位置を決める。この式ではX-Z面で

の像が得られるが、 x_0 を与えて Y-Z 面の像を得ることもできる。

RBS マッピング法と RBS 断層観察法が三次元分析の基本的な方法であるが、基本データ集合からは、この他にも有用なデータを得ることができる。RBS マッピング法あるいは RBS 断層観察法のデータから、元素の横方向分布を引き出すことができる。すなわち、

$$A_1(x) = \sum_{n=n_0}^{n_1} A_t(x, n)$$

または、

$$A_1'(x) = A_m(x, y_0)$$

ただし、SCAにより得たRBSマッピング法のデータでは、エネルギーウィンドウの再設定ができない。

また、RBS断層観察法のデータから、疑似的な局所RBSスペクトルを引き出せる。すなわち、

$$A_s = \sum_{x=x_0}^{x_1} A_t(x, n)$$

x_0 と x_1 は注目する領域を定義する。この領域を十分広く取ると、非集束ビームを使った場合と同様な情報を持つRBSスペクトルが得られる。このようにRBS断層観察法のデータ集合からは、RBSマッピング法のデータ集合よりも、多くのデータを引き出すことが可能である。

3-3 測定系の構成

ターゲットステージ上の試料は手動のマイクロメータで、数センチまで動かすことができる。試料の状態はターゲットチャンバーに備えた倍率5の光学顕微鏡で観察する。ターゲットステージ上に置かれた石英板に生ずる蛍光を観察して、ビームの集束状態やビームの当たる位置がわかる。分析する試料へビームを合わせるには、光学顕微鏡を見ながら手動マイクロメータを使う。最初に、マイクロメータを用いてmm単位の精度でビームの位置合わせをして、試料にビームが当たった後は、二次電子像を観測しながら、走査コイルを用いて μm 単位で最終的な位置合わせをする。二次電子はイオン衝撃により誘起され、シンチレータ付きの光電子増倍管で検出する。

RBS分析用には表面障壁型シリコン半導体検出器（SSD：Surface-barrier Silicon solid-state Detector）を使用した。SSDは通常型とアニユラー型の2種類を用いており、通常型は距離17mmで散乱角 140° 、または距離20mmで散乱角 145° に配置している。アニユラー型は距離30mmで散乱角 170° に配置している。各SSDの検出領域の面積は通常型とアニユラー型で、それぞれ 25 mm^2 と 100 mm^2 である。

ビームの走査は、四重極レンズの前に位置する走査コイルによって行なう。走査範囲はレンズの縮小率が反映するので、同じ励磁電流でもX方向の走査範囲がY方向に比べて約4倍大きい。 1.5 MeV He^+ ではX方向に $400\text{ }\mu\text{m}$ まで走査が可能である。ビームの走査および二次電子信号の検出は、マイクロコンピュータに接続したD/A、A/Dコンバータで行い、二次電子像とRBS分析像の観測は、すべてマイクロコンピュータで自動化している。

図3-6に非破壊三次元分析法のためのデータ処理系の概略図を示す。SSDから得られるRBS信号は2通りの方法により分析する。RBSマッピング法ではシングルチャネルアナライザー（SCA）とカウンターを使用した（図3-6の経路1）。マイクロプローブの走査をしながら、SCAで弁別したR

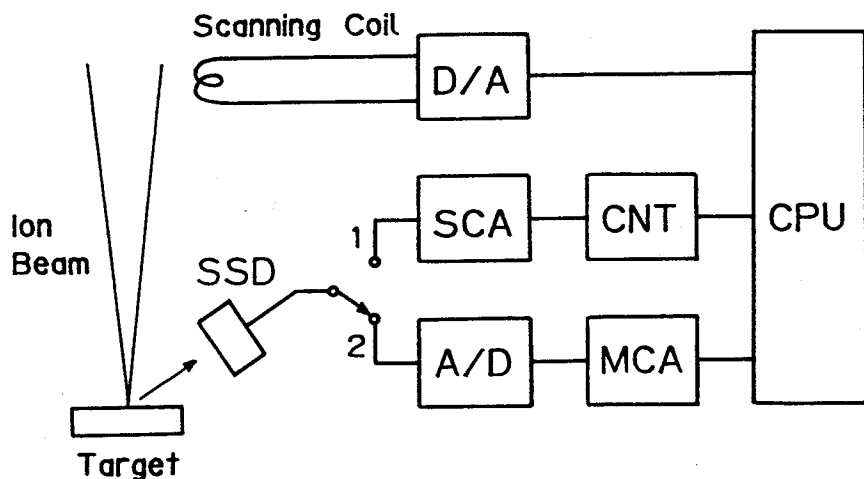


図3-6 非破壊三次元分析法のためのデータ処理系の概略図。
 D/A：デジタルアナログコンバータ；SCA：シングルチャネルアナライザー；
 CNT：カウンタ；A/D：アナログデジタルコンバータ；MCA：マルチチャンネルアナライザー；
 CPU：中央処理装置（マイクロコンピュータ）

RBS信号の計数結果を、各位置ごとにコンピュータに記憶する。SCAのウィンドウの値は、特定深さの特定元素に対応するエネルギー領域に設定する。設定したウィンドウに入らない異なる層の信号は、記憶されずに失われるので、2つ以上の層を同時に分析するためには、複数のSCAが必要である。

RBS断層観察法では、MCAを用いて、すべてのエネルギー領域の信号をコンピュータ内に記憶する(図3-6の経路2)。すなわち、それぞれの走査位置で完全なRBSスペクトルをMCA内に収集し、弁別を行わないでコンピュータに転送する。MCAとコンピュータは16bitの並列な信号線で結合しており、1つの走査位置でのRBSスペクトルの収集が終わると同時に、高速でコンピュータへスペクトルのデータを転送する。

三次元分析のデータはコンピュータ上で処理され、カラー表示またはドット表示を用いて画像化する。画像はプリンタに打ち出して保存することができる。またデータはフロッピーディスクに保存し、測定の終わった後に再処理が可能である。現在の分析系では、試料内元素の三次元的な分布を一度に検出することはできないが、マイクロプローブを二次元的に走査し、各位置で完全なRBSスペクトルを収集すれば、完全な三次元分析が可能である。

3-4 4層構造金グレーティングの分析

RBS法を用いた三次元分析法の可能性と限界を評価するために、試験的に多層構造試料を製作し、その分析を行った。近年、半導体集積回路には集積度を高めるための手段の一つとして、多層配線構造が取り入れられているが、本研究で試作した試料は、この構造を想定したものである。完成状態にある集積回路、さらには通電試験まで行った集積回路の内部配線層の状態を、保護膜を除去せずに調べることができれば、熱変成やマイグレーションなどに関する非常に有用な情報を得ることができる。ここでは、このような要求に対する本分析法の可能性を検討する。

3-4-1 試料内部の金層の二次元分布の観察

図3-7に試料の概念図を示す。試料は4つの積層された金(Au)のグレーティングからなる。基板はシリコン(Si)で各Au層は二酸化シリコン(

SiO_2) 層で分離されている。4 層の Au グレーティングは 45° ずつ回転した状態で積層されている。これは三次元分析を行ったときに各層の識別を容易にするためである。試料の作成は、Au パターンを紫外線リソグラフィーとリフトオフ法により、 SiO_2 層をスパッタ蒸着法により行った。下部 Au 層のグレーティング形状に対応して上部 SiO_2 層に起伏を生ずるが、Au 層が 180 Å と十分薄いため、Au の蒸着時に途切れが生ずることはない。

測定には $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ の 1.5 MeV He^+ マイクロプローブを用いた。分析は $140 \times 50 \mu\text{m}^2$ の範囲に対して行なった。RBS 粒子の検出には通常型 SSD を使用し、散乱角は 135° である。

図 3-8 は試料の RBS スペクトルを示す。試料の平均的情報を得るために、数 100 μm の幅を持つ非集束ビームを用いて測定した。ビームは 1.5 MeV の He^+ ビームである。測定した RBS スペクトルには、3 つの大きなピークが観測できる。高エネルギー側の最も高いピークが第 1 の Au 層に対応する。2 番目に高いピークは 2 つのピークが重なったもので、これらはそれぞれ第 2 と第 3 の Au 層に対応する。残ったピークが第 4 の Au 層に対応する。

三次元分析を行なう前に、まずマイクロプローブの位置合わせと四重極磁気レンズの励起電流の調節のため、図 3-9 の最上部に示す試料の二次電子像を取った。二次電子強度は元素の種類だけでなく表面形状にも依存し、 SiO_2 表面の起伏のために第 2 層のグレーティング形状が弱く現われている。 SiO_2 層の段差は、たかだか Au 層の厚さ (180 Å) 程度であることを考えると、高エネルギーイオンビームを用いたマイクロプローブでも、かなり表面形状に敏感な観察が可能であることがわかる。

図 3-9 の他の 4 つの像は、試料の RBS マッピング像を示し、それぞれ Au の第 1、第 2、第 3、第 4 層に対応している。第 1 層の像は二次電子像に対応した鮮明な像を示している。二次電子像に現われていた弱い第 2 層の像は見えない。RBS マッピング像では、第 1 層の Au の形状だけを観測することができる。すなわち、二次電子像では信号の強度変化が、元素組成の差によるものか、表面起伏の差によるものかを、区別することができなかったのに対して、RBS マッピング像では表面起伏に関係なく、存在する元素だけを観測することが可能である。

第 2 層の像には、グレーティングパターンに途切れが見られる。これらの途切れが生じている箇所は、第 1 層のグレーティング形状と一致する。途切れが

おこるのは、 He^+ が第1層のAuを通過する時と通過しない時とでエネルギーに差を生ずるためである。第3、第4層の像には第2層で見られたような上層の影響は見られない。これは、2つ以上の層を通過することによってエネルギーの変動が平均化されるためと考えられる。また、表面Siのスペクトルは図3-8のRBSスペクトルでは140チャンネル付近から低エネルギー側に現われるため、第4層の信号に重畳しているはずであるが、図3-9ではその影響は見られない。

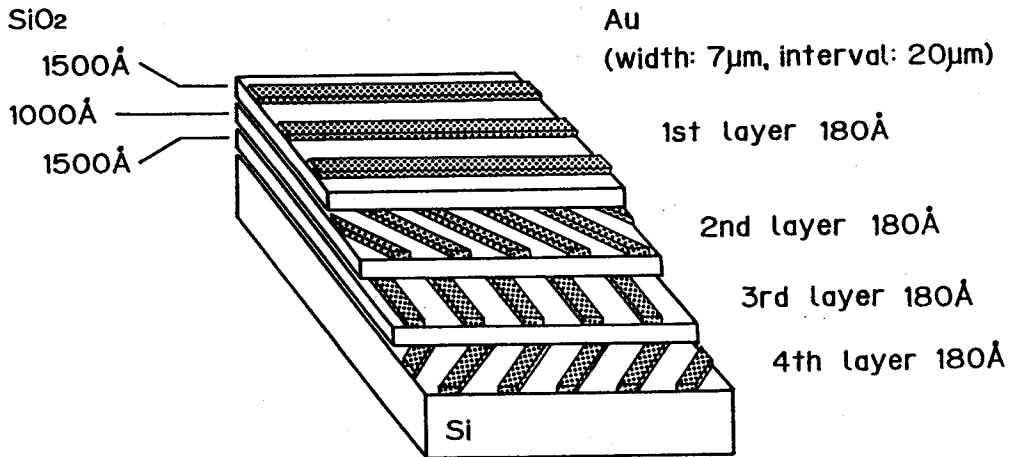


図3-7 分析した多層構造試料の概念図。Si基板上に多層配線を模した4つのAu層があり、各Au層は SiO_2 層で分離した。

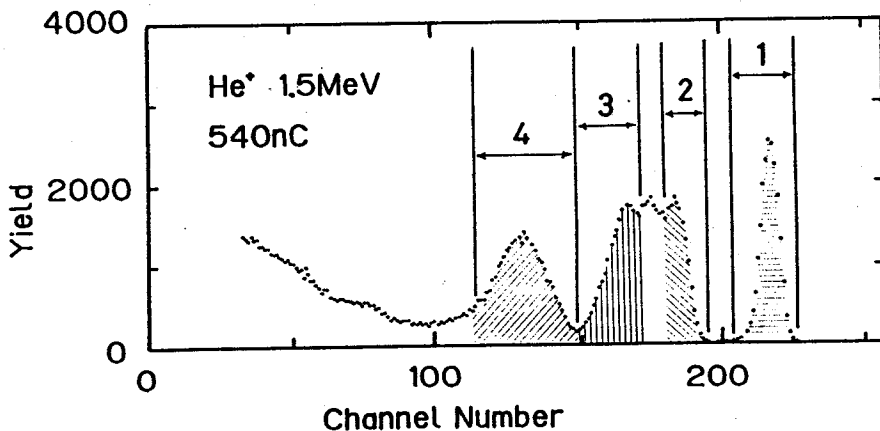


図3-8 非集束ビームで得た試料のRBSスペクトル。各Au層に対応するピークが観測できる。

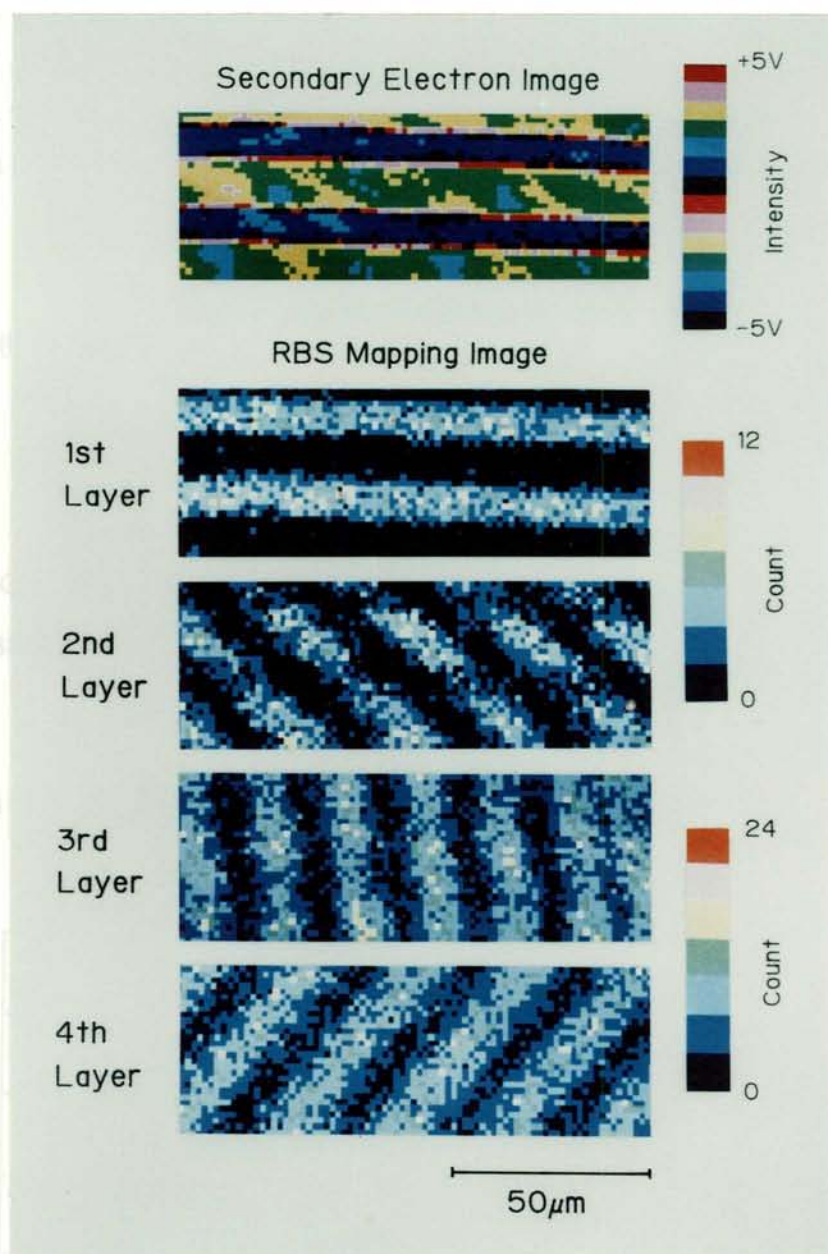


図 3-9 分析した試料の二次電子像とRBSマッピング像。S
CAのエネルギーウィンドウはRBSスペクトルの各層に対応し
たピークに合わせた。

数 10 pA のビーム電流で RBS マッピング像 1 つを取るのに 20 分から 30 分を要している。RBS マッピング像 1 つあたりの計測で、試料に照射されたビームは 3.2×10^{15} から $8.0 \times 10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ であつた。RBS マッピング像の各画素に対応する RBS 信号は、数カウントから 10 数カウントであり十分ではない。図 3-9 では、統計誤差のために像の画質が低下しており、画質を向上させるためには、より多くのビーム電流が必要である。

3-4-2 4 層グレーティングの断層観察

図 3-10 は測定した試料の概念図で、図 3-7 と同じ形状をしているが SiO_2 層の厚さが異なる。また断層像に対応するように断面部分の形状に注目して描かれている。測定は 1.8 MeV He^+ マイクロプローブを使用した。マイクロプローブのビーム径は $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ (半値幅) で、ビーム電流は 100 pA である。走査範囲は $11.0 \mu\text{m}$ (X 方向) である。RBS 粒子の検出には通常型 SSD を使用し、散乱角は 135° である。

図 3-11 に試料の断層観察像を示す。縦軸は深さに相当するチャンネル数 (すなわち後方散乱粒子のエネルギー) を表す。横軸はマイクロプローブの走査位置を表す。各画素の色はスペクトルの高さを表す。図 3-11 では Au の信号が主に強く現れており、これらの像は Au に関する断層観察像を示している。

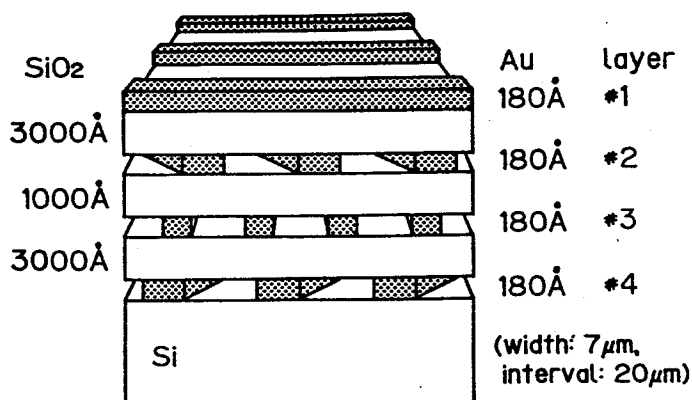


図 3-10 Si 基板上の 4 つの Au 層からなる分析試料の構造。Au 層は互いに 45° ずつ回転して配置している。

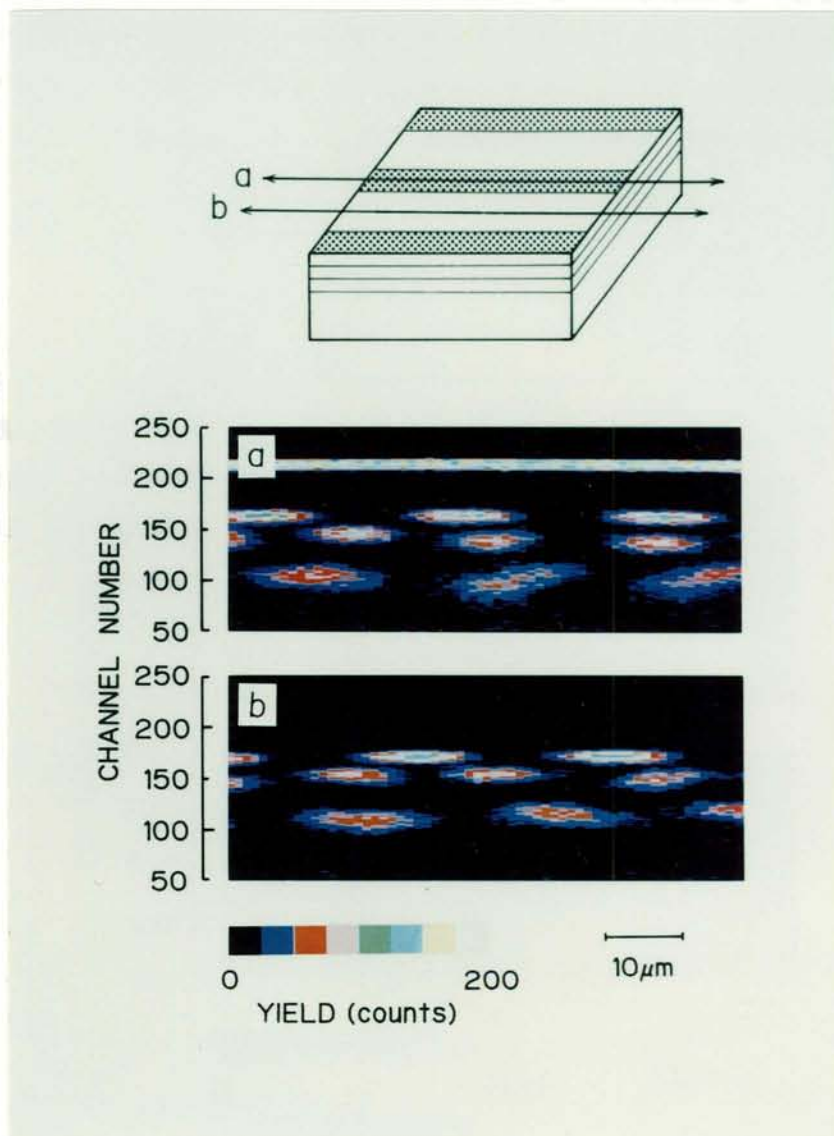


図3-11 1. 8 MeV He^+ ビームで得た試料の断層観察像。
 上部の模式図はマイクロプローブを走査した位置を示す。(a)
 第1層のAu細線上を走査。(b) 第1層のAu細線にそって走
 査。

図3-11に示した像を取るためのマイクロプローブの照射量は、 $4 \times 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ であった。

SiO_2 分離層からのRBS信号は酸素(O)に対しては80チャンネル、Siに対しては140チャンネルより下側の領域で、Au信号に重畳するはずである。第4層の像付近に見られるわずかなバックグラウンド信号はOとSiから生じたものと考えられ、OとSiの散乱断面積がAuに対して小さいために、バックグラウンド信号の影響は無視できる。

図3-11で上層でのプローブビームのエネルギー損失のため第3層と第4層の像は歪んでいる。Au線の像の低チャンネル側(すなわち低エネルギー側)へのシフトは上層のAu線が上を覆っているために生じている。図3-11(b)では、第2、3、4層の像が、図3-11(a)に比べて約10チャンネルだけ高エネルギー側へシフトしている。このような像歪みを直すためには上層の影響を考慮に入れる必要がある。しかし、そのような像歪みにもかかわらず図3-11ではAu層の構造が鮮明に画像化されていることが分かる。

3-5 SOI構造ゲルマニウム島の分析

図3-12に二酸化シリコン(SiO_2)キャップ層を持ち、 SiO_2 絶縁層上に形成されたゲルマニウム(Ge)島からなる絶縁体上の半導体(SOI: Semiconductor on Insulator)の概観図を示す。Ge島は線状パターンで互いにつながっている。下部の SiO_2 層は基板のシリコンを熱酸化で、上部の SiO_2 層は電子ビーム蒸着法とスパッタ蒸着法を併用して作成している。この試料は、単結晶Ge層を得るための帯熔融法(ZMR: Zone-Melting Recrystallization)プロセスのために作成したものである⁴⁵⁾。図3-13にZMRプロセスの概略を示す。基板上に設置されたストリップヒータを、連結されたGe島にそって一定速度で走査してGe層を帯熔融し、均一な結晶性を持つGe層を SiO_2 絶縁層上に成長させる。Ge島の上部の SiO_2 キャップ層は帯熔融中のGeの凝集を防ぐために付け、帯熔融終了後に除去する。本プロセスの最終的な目的は、Geを中間層として分子線エピタキシー法(MBE: Molecular Beam Epitaxy)により、上層にGaAs層を成長させることである。このため下地となるGe層には平坦かつ良好な結晶性が要求される。

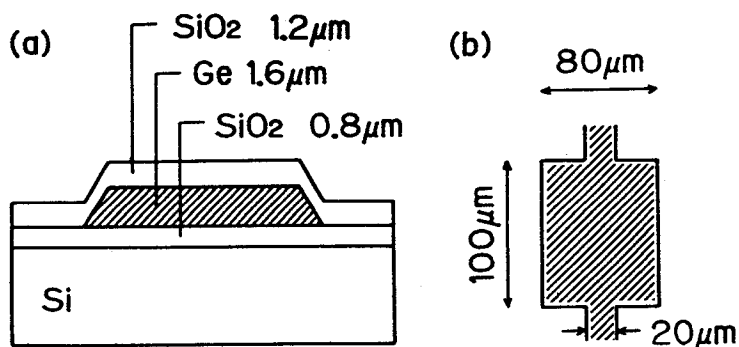


図 3 - 1 2 S O I 構造を持つ分析試料の概念図。G e 島は橋に
あたる線状パターンでお互いにつながっている。(a) 断面
(b) 上面

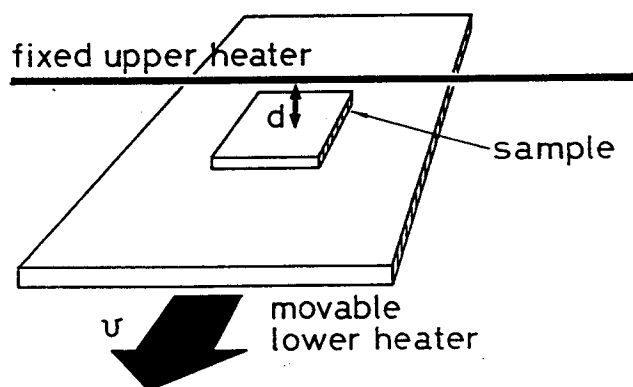


図 3 - 1 3 帯溶融法の概略図。実際の実験では基板側を走査し
ている。装置系全体は 10^{-6} Torr 程度の真空中に置く。

3 - 5 - 1 過昇温による G e 凝集の断層観察

帯溶融の間は、G e 島の温度は G e の融点 (937°C) に保たれる。しかし、ヒータの制御状態が変化して過昇温になると、島内で G e の凝集が起こり、G e 層の膜厚分布が不均一になる⁴⁵⁾。図 3 - 1 4 は、そのような条件下で Z M R した後の G e 島の形状を示す。光学顕微鏡写真は島の上面から見た様子を示している。トレースは表面粗さ計で測定した表面形状を示す。島中央部の厚さは 2 倍に増加し、最大厚さは $3.3\ \mu\text{m}$ であった。

図3-14の試料の測定には、1.8 MeV H^+ マイクロプローブを使用した。マイクロプローブのビーム径は $3 \times 3 \mu m^2$ （半値幅）で、ビーム電流は100 pAである。走査範囲は $110 \mu m$ （X方向）で、後方散乱粒子の検出には通常型SSDを使用し、散乱角は 135° である。

図3-15はGe島中央部の局所RBSスペクトルを示す。上部横軸はイオンのエネルギー損失³¹⁾から計算したGe島の膜厚を表す。Ge信号に重畳しているシリコン（Si）と酸素（O）の信号は SiO_2 キャップ層から生じたものである。SiとOのGeに対するスペクトルの高さの比率は、それぞれ $H_{Si}/H_{Ge}=0.09$ と $H_{Si}/H_{Ge}=0.14$ である。従って、SiとOがGeのスペクトルの形状に及ぼす影響は小さく、Ge島の膜厚は局所RBSスペクトルから十分な統計精度で決定できる。Ge島の最大膜厚は $3.1 \mu m$ という結果を得た。この値は、図3-14の表面形状から求めた厚さに近いものである。

図3-16は、図3-14のGe島のRBS断層観察像を示す。ここで図3-16(a) - (e)は図3-14(a) - (e)に対応する。横軸はマイクロプローブの走査位置を表す。左側と右側の縦軸は、それぞれチャネル数とGe膜厚を表す。これらの像を得るためのマイクロプローブの照射量は $0.85 \sim 1.5 \times 10^{17} H e^+ / cm^2$ であった。図3-17の白く明るいパターンがGe島の膜厚分布を示している。これらの像がGe層の断面像を表している。

帯熔融中のGeの凝集による膨らみが図3-16(b) - (d)に鮮明に観測される。図3-16(e)の線状橋パターンの像は図3-16(a)に比べてわずかに幅広い。この傾向は、表面粗さ測定や、光学顕微鏡写真にも現れている。図3-16(d)のGeパターンの幅は、図3-16(b)、(c)の幅よりも小さい。この幅の減少は、光学顕微鏡写真に見られるように、島の角部分の変形によるものである。

表面粗さ測定では、 SiO_2 キャップ層の膜厚も含めた膜厚しか分からないのに対し、RBSマッピング像ではGe自体の膜厚が分かる。また、電子顕微鏡でへき開面を観察すれば断面のGe分布がわかるが、分析する場所を正確にへき開する事は非常に難しい。その点、局所RBSによる断層観察法では、試料をへき開しなくても、断面のGeの膜厚分布を調べることが可能なため、このような微小構造の分析に適している。

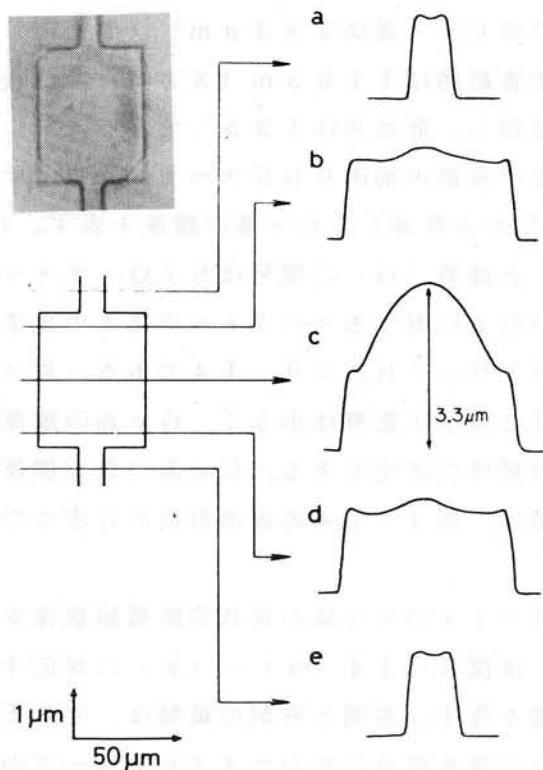


図3-14 過昇温でZMRを行った SiO_2 キャップ付きGe島の表面形状。光学顕微鏡写真は同じ島の上から見たところを示す。

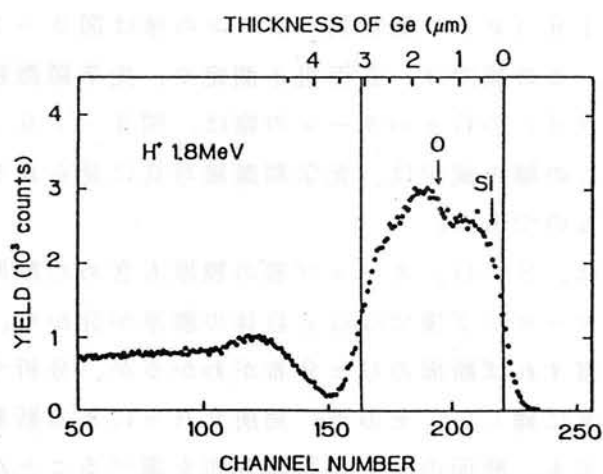


図3-15 図3-14の島の中央部にマイクロプローブを照射して得た局所RBSスペクトル。上部横軸はGe層の膜厚を示す。

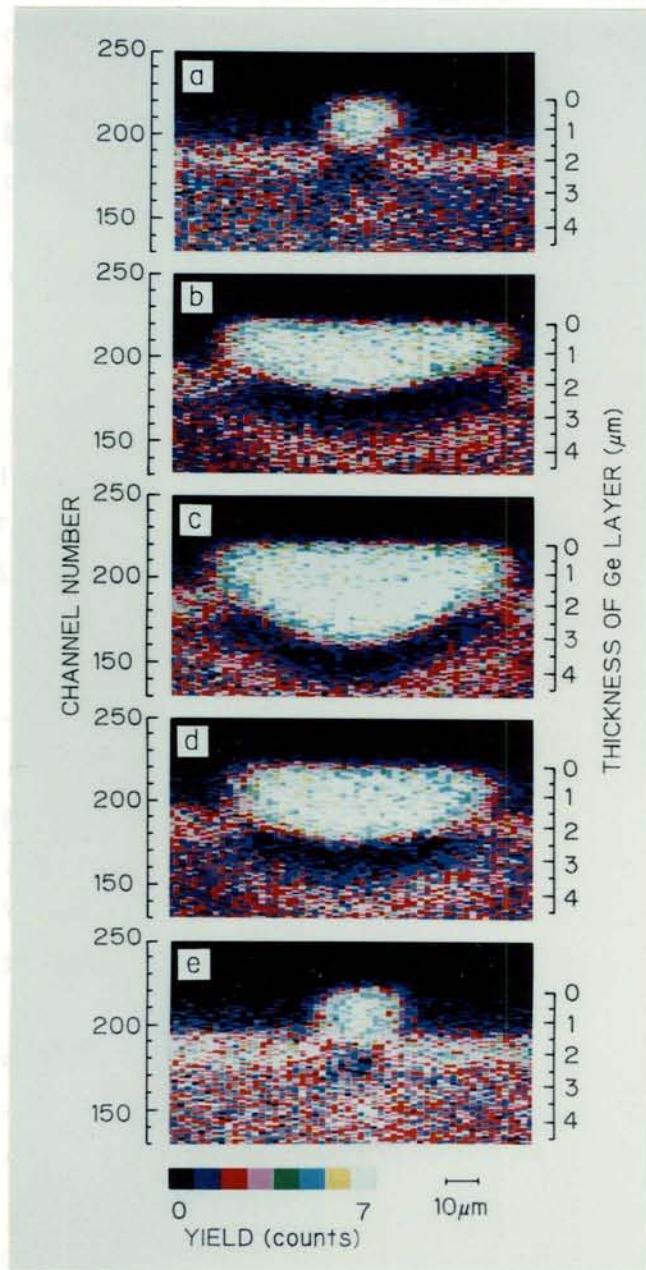


図3-16 Ge島の断層観察像。それぞれ図3-14の表面形状に対応する。これらの像は図3-15と同様な局所RBSスペクトルの集合からなる。

3-5-2 帯熔融中の過昇温状態への遷移の断層観察

帯熔融中にストリップヒータの電流値を変化させて、試料の途中から過昇温状態にすることができる。以下に、そのような状態にした試料を分析した。試料は図3-12と全く同じ形状を持つが、キャップ層・Ge層・絶縁層の厚さはそれぞれ $0.6\mu\text{m}$ ・ $0.7\mu\text{m}$ ・ $0.8\mu\text{m}$ で、連結部の幅が $10\mu\text{m}$ となっている。帯熔融法で用いたストリップヒータの直径は 0.3mm 、ストリップヒータと試料の間の距離は 1.2mm 、ストリップヒータの走査速度は 0.2mm/s であった。

測定には 1.8MeV H_2^+ マイクロプローブを用いた。 H_2 ガスをイオン源 (PIG型) に供給したとき、Van de Graaff 加速器からは H^+ と H_2^+ ビームが得られるが、ビーム電流が多く取れるため H_2^+ を用いた。

H_2^+ は試料に入射した時点で2つのプロトンに分解するので、RBS法では 1.8MeV の H_2^+ は 0.9MeV の H^+ と等価とみなすことができる。また、ビーム電流が実質的には2倍に増加したのと同じ効果を得ることができる。Geに着目して計算した 0.9MeV の H^+ の測定可能深さは、測定試料に対し $3.5\mu\text{m}$ であった。測定には $4\times 4\mu\text{m}^2$ のビーム径をビーム電流 50pA で用いた。このときのマイクロプローブの走査範囲は $140\mu\text{m}$ (X方向) である。後方散乱粒子の検出には通常型SSDを使用し、散乱角は 140° である。図3-17は帯熔融法後の試料の光学顕微鏡写真である。右側の矢印は過昇温状態への遷移部を示している。帯熔融中に、ストリップヒータは写真の上から下の方向に走査した。中央のGe島の途中から島の形状に変化が現れ、次の島では、すでに方形でなくなっていることが分かる。

図3-18は、過昇温にならないで帯熔融されたGe島の中央部の局所RBSスペクトルである。上部水平座標軸は後方散乱のエネルギー損失過程から計算したGe層の膜厚である。このスペクトルのためのマイクロプローブ照射量は $2\times 10^{17}\text{H}_2^+/\text{cm}^2$ であった。キャップ層から来るSiとOの信号はGeの信号に重畳するが、Geに対するSiとOのスペクトルの高さの比率は、計算ではそれぞれ8.0と9.5であり、Geスペクトルに対する影響は小さい。絶縁層からのSiとOの信号は、Geの信号よりも低いエネルギーに位置する。従って、GeのスペクトルはSiとOの影響を考慮しないで用いることができる。

図3-19は、過昇温とならずに帯熔融されたGe島の断層観察像を示す。

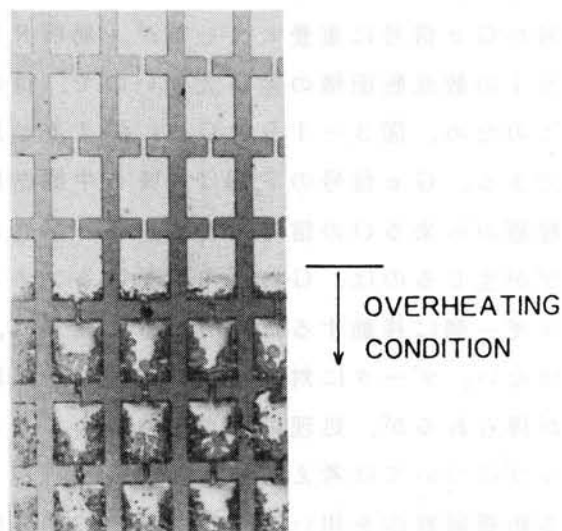


図 3 - 1 7 帯溶解中の過昇温状態への遷移を示す光学顕微鏡写真。写真下側に Ge の凝集が見られる。

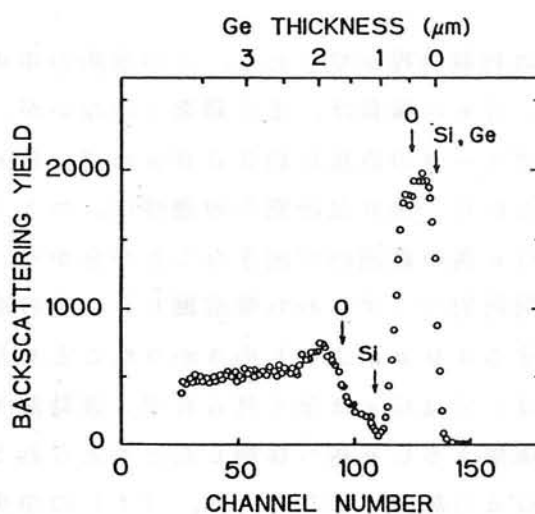


図 3 - 1 8 定常状態で溶解した Ge 島の局所 RBS スペクトル。Si と O の信号に対応する。矢印は、それぞれキャップ層と絶縁層からの信号に対応する。

右側縦軸は、計算で求めたGeの厚さを示す。この像のためのマクロプローブ照射量は $4.7 \times 10^{16} \text{ H}_2^+/\text{cm}^2$ で、測定時間は10分であった。黒い濃厚なパターンがGe島に相当する。左側のGe信号は隣接するGe島の像である。表面のSi信号がGe信号に重畳しているが、局所RBS測定でも見られたように、GeとSiの散乱断面積の差が大きいので、像の中ではGeの信号が支配的である。このため、図3-19はGeに関する断層観察像を与えていると考えることができる。Ge信号の下側に見える中間密度の帯状パターンは、内部のSiO₂絶縁層から来るOの信号である。Ge信号と内部からのO信号の間にあるギャップが生じるのは、Ge層中で受けるエネルギー損失の分だけ、Oの信号が低エネルギー側に移動するためである。従って、試料中に実際にギャップがあるのではない。データに対してコンピュータ処理を行えば、より完全な断層観察像が得られるが、処理の簡単化のため、ここではGeの信号のみに着目し、ギャップについては考えない。

局所RBSによる断層観察法を用いて、帯熔融中に過昇温状態に移したGe島の構造を分析した結果を図3-20に示す。2つの状態の境界部分は(b)の付近にある。縦方向と横方向の座標軸は図3-19と同じである。(a)と(b)に観測されるGe島と連結部の幅・厚さは、設計値 $0.7 \mu\text{m} \cdot 10 \mu\text{m}$ に等しい。これらの部分は、過昇温状態とならずに帯熔融が行なわれたと言える。

(c)にGe凝集の初期過程が見られる。この場所の中央でのGe層の厚さは $1.0 \mu\text{m}$ である。Geの凝集は、まだ顕著ではないが、小さいGe液滴が見られる。ストリップヒータの直径が約 $300 \mu\text{m}$ で、Ge島の長さが $100 \mu\text{m}$ である。このことから、過昇温状態への遷移は、ストリップヒータの直径よりも小さい一つのGe島の範囲内で起きたことが分かる。急峻な状態の変化はGeの熔融領域が局所的で(すなわち帯熔融し)、その熔融領域は(b)と(c)の距離に相当する $40 \mu\text{m}$ よりも小さかったことを示す。

連結部にあたる(d)ではGeは全く見られず、連結部を構成するGeの大半は、帯熔融の間に隣接するGe島へ移動したと考えられる。図3-20(a)-(g)は、顕著なGeの凝集を示している。(f)の中央でのGeの厚さの測定結果は $2.2 \mu\text{m}$ であった。これは、正常なGe島の厚さの3.1倍に相当する。(f)に見られる大きなGe液滴以外に、(g)には小液滴が見られる。(h)でも連結部のGeは隣接するGe島に移動したと考えられるが、ご

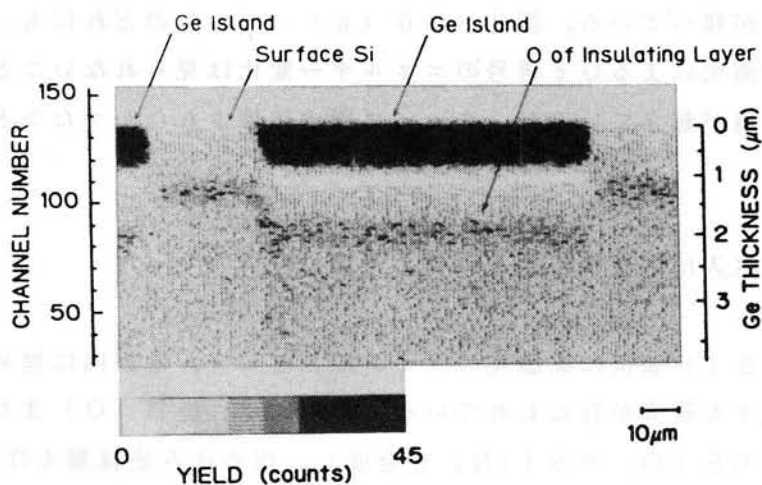


図 3 - 1 9 定常状態で帯溶解した G e 島の断層観察像。図 3 - 1 8 の局所 R B S スペクトルはこの像の中央部に相当する。

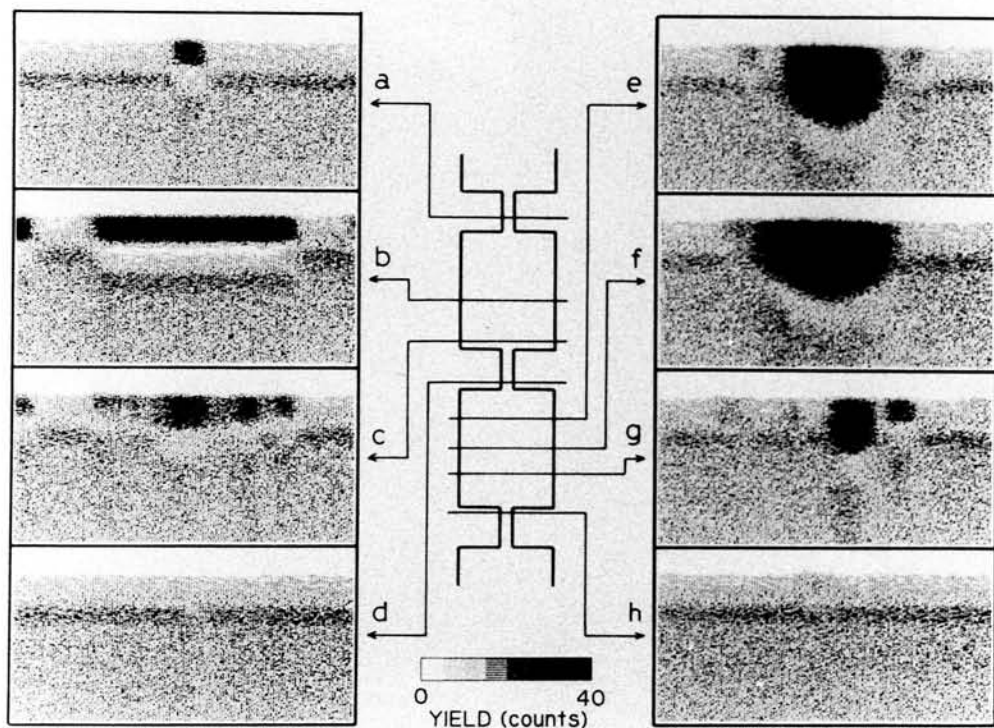


図 3 - 2 0 遷移状態を順に追った G e 島と橋パターンの断層観察像。

く少量のGeが残っている。図3-20(a)-(g)のどれにも、 SiO_2 キャップ層の消失によるGe信号のエネルギー変化は見られないことから、顕著なGeの凝集が起きているが、キャップ層は破壊されなかったことが分かる。

3-6 局所注入による埋め込みニッケル層の分析

シリコン(Si)基板に高濃度のイオン注入をして、基板内に埋め込みで別の物質を合成する研究が行なわれている。これには、酸素(O)または窒素(N)を注入して SiO_2 や Si_3N_4 を合成し、埋め込み絶縁層を作る方法があり⁴¹⁾、またニッケル(Ni)やコバルト(Co)を注入して NiSi_2 や CoSi_2 を合成し、埋め込み金属層を作る方法がある⁴⁴⁾。一般的な研究としては、非集束ビームによる注入が行なわれているが、さらに局所的に埋め込み層を合成する試みが行なわれている^{42, 43)}。マスクを用いて注入を局所的に行なう場合には、注入層に対するマスクの影響が無視できない。

本実験では、マスクを通して局所 Ni^+ 注入したSi基板を分析し、試料中のNiの分布を調べ、マスクの影響を評価した。 Ni^+ は180keV、注入量 $2 \times 10^{17} \text{ Ni}^+/\text{cm}^2$ で注入した。最大注入電流は62 μA 、注入領域は3 $\times$ 4 cm^2 であった。マスクとして周期100 μm のNiメッシュを用いた。マスクは試料上に置き、特に基板に密着させていない。注入中の試料とマスクの冷却は行なっていない。

分析には1MeV He^+ マイクロプローブを用い、ビーム径は4 $\times$ 4 μm^2 、ビーム電流は200pAであった。走査範囲は250 $\times$ 125 μm^2 とし、後方散乱粒子の検出にはアニュラー型SSDを使用し、散乱角は170°である。 He^+ ビームのエネルギーは、NiスペクトルとSiスペクトルが重ならない範囲で、Niに対する最大の深さ分解能と散乱断面積が得られるように選択した。

図3-21は注入後の基板表面の光学顕微鏡写真である。周期100 μm のメッシュ形状が観測できる。この実験で用いたNiメッシュは、その形状に曲がりや、ずれがあり、光学顕微鏡写真の像は変形のあるメッシュ形状を正確に写し出している。より倍率の高い光学顕微鏡観察では、マスク領域に付着物が観測された。メッシュ形状は、この表面付着物のために見えている。

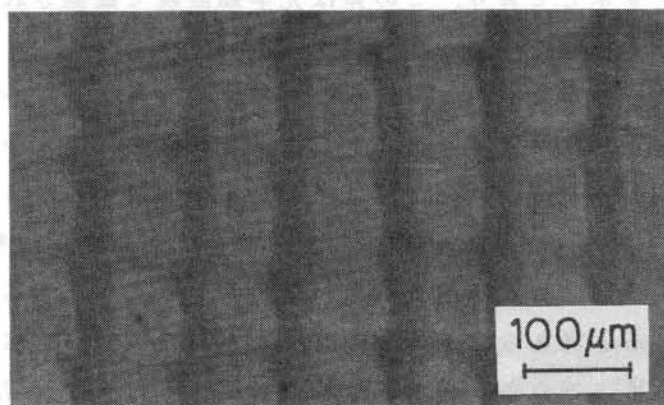


図 3 - 2 1 Ni 注入した Si 表面の光学顕微鏡写真

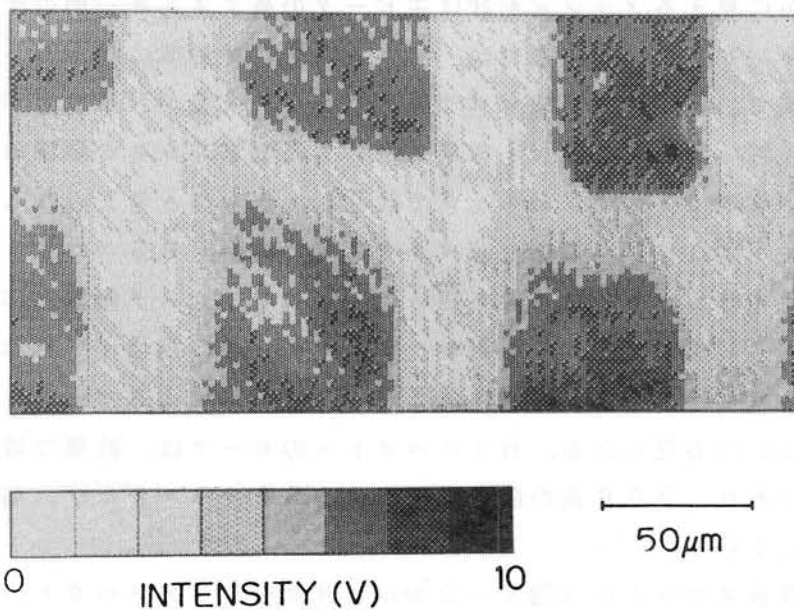


図 3 - 2 2 試料表面のイオン誘起二次電子像

図3-22はマイクロプローブで得た基板表面の二次電子像であり、メッシュ形状はこの像にも観測されている。メッシュ形状を写し出す二次電子強度の差は、表面形状か表面を構成する元素が、マスク領域と非マスク領域の間で異なっていることを示しており、この差は光学顕微鏡で観測された表面付着物のために生じていると考えられる。

図3-23は、非集束ビームで得た基板のRBSスペクトルである。Niのスペクトルは、190チャンネルと213チャンネルに2つのピークを持っている。190チャンネルの主ピークは、計算で求めたSiに対する180 keV Ni⁺の飛程R_p (1370 Å) に一致する。主ピークは高エネルギー側に緩やかなすそを持っているが、これは注入中の基板のスputタリングによるNi分布の変化のためであると考えられる。213チャンネルの副ピークは表面Niのエネルギーに対応しているため、光学顕微鏡で観測された表面付着物がNiであると分かる。

RBSマッピングのため、図3-23に示すように、主ピークと副ピークに対応する2つのエネルギーウィンドウを定義した。図3-24は、ウィンドウ1と2により得たRBSマッピング像である。ウィンドウ1による像は表面のNiの分布を示しているが、Niの信号は像内のすべての場所で検出されている。かすかに見えるメッシュ形状は主ピークの高エネルギー側のすそのためである。ウィンドウ2による像では、メッシュ形状が鮮明に見える。白い部分がマスク領域で、黒い部分が非マスク領域である。少量のNi信号がマスク領域に検出されているが、このNi信号はマスク領域と非マスク領域の境界付近に局在しているので、マスクのエッジで散乱されたものと考えられる。

図3-25は、マスク領域と非マスク領域の局所RBSスペクトルである。分析位置はRBSマッピング像を用いて決定した。マスク領域と非マスク領域のNiスペクトルが、それぞれ副ピークと主ピークに相当する。非集束ビームによるRBSスペクトルと同様に、スputタリングによるピークシフトが図3-25 (b) にも見られる。Niスペクトルのピークは、計算で得たR_pよりも浅い所にあり、300 Åの深さに相当する5チャンネル分だけ、高エネルギー側へ移動している。

局所RBSスペクトル (図3-25) と非局所RBSスペクトル (図3-23) のピーク高さの比較を行ない、Ni分布に関する検討を行なった。まず、それぞれのスペクトルの高さをHe⁺の照射量で正規化し、それぞれのピーク

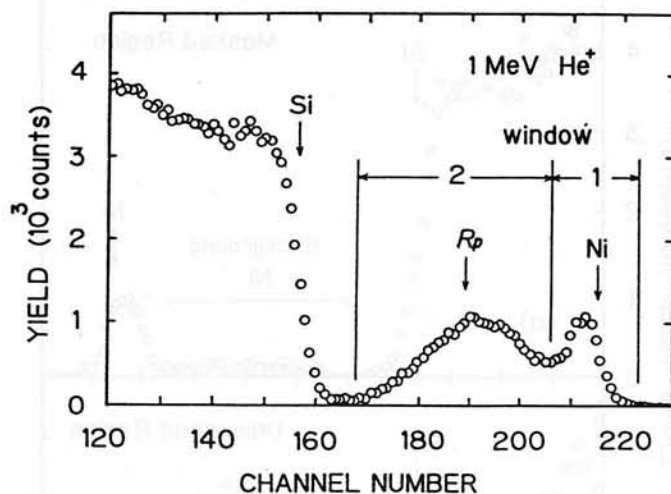
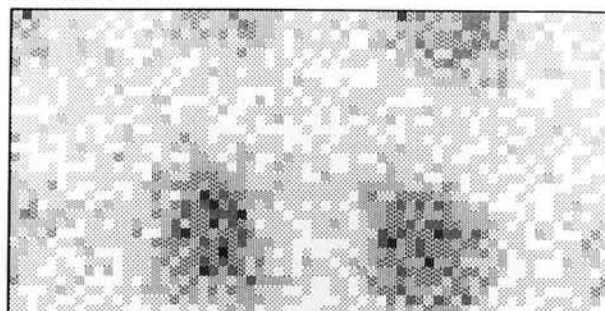


図 3 - 2 3 非集束ビームで得た試料の RBS スペクトル。 R_p は Si に対する 180 keV Ni^+ の飛程である。

(a) WINDOW 1



(b) WINDOW 2

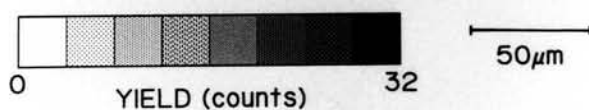
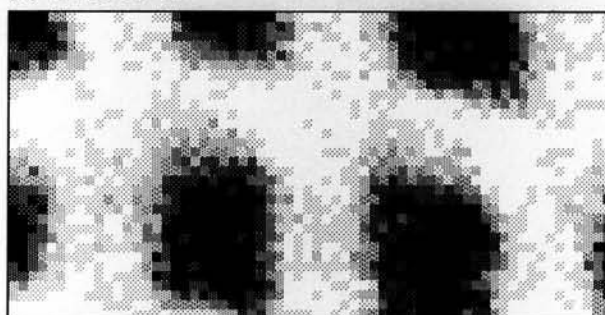


図 3 - 2 4 図 3 - 2 3 の 2 つのエネルギーウィンドウで得た RBS マッピング像

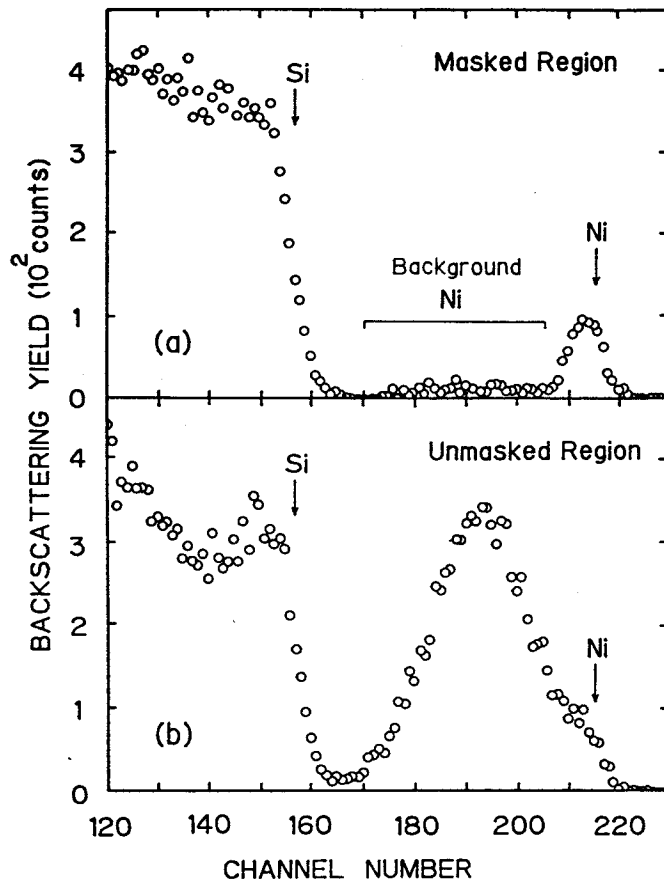


図 3 - 2 5 (a) マスク領域と (b) 非マスク領域の局所 R B S スペクトル

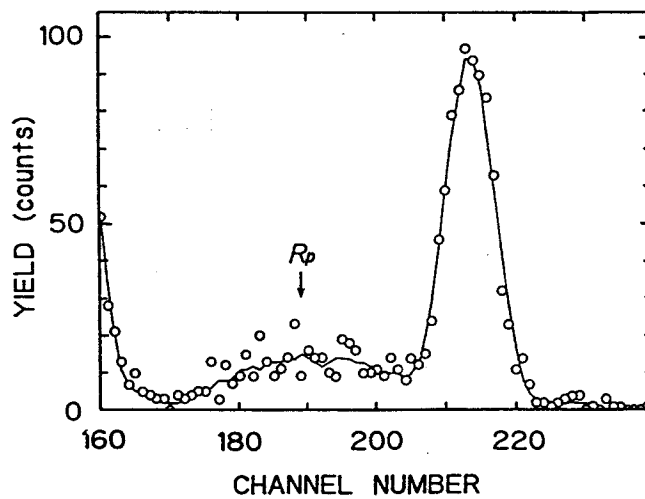


図 3 - 2 6 マスク領域の表面 Ni と散乱 Ni の R B S スペクトル。実線は測定スペクトルの平滑波形。

高さを測定した。主ピークの高さに関する、非局所スペクトル (H_{oc}) と局所スペクトル (H_{om}) の比は $H_{oc}/H_{om}=0.32$ であつた。この値は全領域に対する非マスク領域の面積比を表わしていると考えられる。一方、副ピークの高さに関する、非局所スペクトル (H_{sc}) と局所スペクトル (H_{sm}) の比は $H_{sc}/H_{sm}=0.88$ であつた。図3-23の非局所スペクトルで、副ピークの高さを測定する時には、主ピークのすそを差し引いている。主ピークと副ピークの比率を比較すると、副ピークに関しては1に近い値が得られた。この結果は、表面Niがマスク領域と非マスク領域の両方にわたり、均一に分布している可能性を示唆している。

図3-25(a)のマスク領域の局所RBSスペクトルには、表面Niの信号以外にバックグラウンドのNiが観測される。図3-26は、図3-25のNiのスペクトルを拡大したものである。バックグラウンドのNiスペクトルはピークを持ち、そのチャンネルはNiの飛程に近い値を示している。バックグラウンドNiが生じた原因は、表面Niからの拡散ではなく、注入Niの散乱が原因と考えられる。正常に注入されたNiに対するバックグラウンドNiの比率は1.6%であつた。図3-25(a)のスペクトルは、メッシュの縦線と横線の交差する場所で測定しているので、散乱が最も少なかったと考えられ、マスク領域内の他の場所へ散乱するNiの量は1.6%より多いと予想される。

図3-27は、Si中のNiの断層観察像である。表面Ni層と注入Ni層が鮮明に見える。深さ目盛は基板表面からのNiの深さを表わす。ただし、Niの密度が十分小さいと仮定して計算しており、Ni密度の高い非マスク領域では深さ目盛は表示値からずれる。局所RBSスペクトル(図3-26)で検出したバックグラウンドNiが、図3-27のマスク領域にも観測できる。断層観察像でもバックグラウンドNiは飛程(1370 Å)の深さ付近に集中していることが分かる。

散乱Niの広がりを評価するために、断層観察像から横方向のNi分布を抽出した。図3-28は、図3-27から得たNiの横方向分布である。図3-28(a)は、図3-23の主ピークに対応するウィンドウ2の中のNiの分布である。散乱Niの分布がガウス分布に従うと仮定し、ビーム径についても考慮して、Niの広がりは16 μmから25 μm(半値幅)という測定結果を得た。図3-28(a)では、Niの分布に非対象性が見られる。非マスク領域の左側での広がりは、右側での広がりより大きい。これは、マスクに用いた

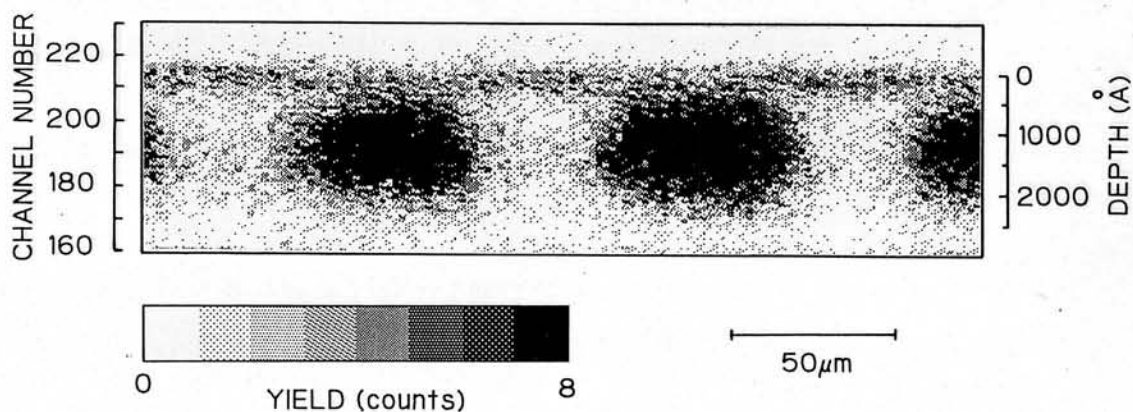


図 3 - 2 7 S i 中の N i の断層観察像

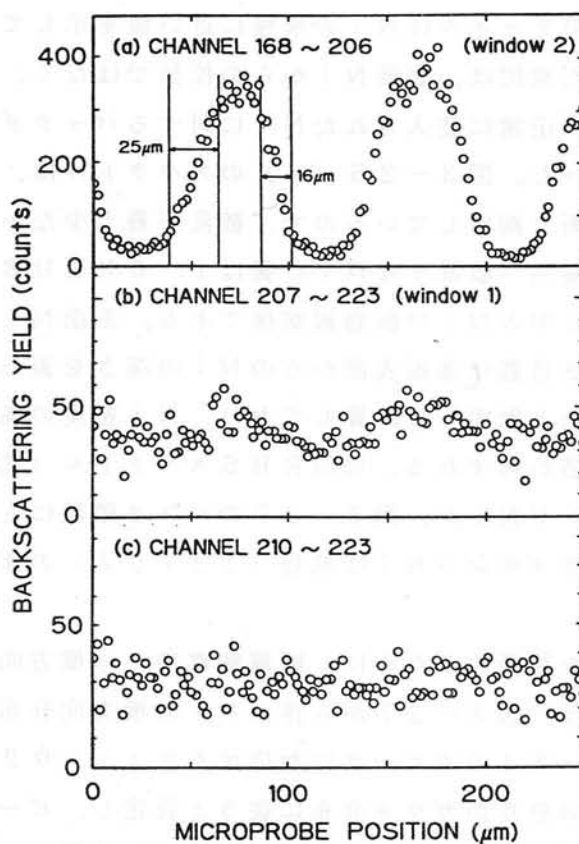


図 3 - 2 8 図 3 - 2 8 から得た N i の横方向分布。(a) と (b) は図 3 - 2 4 の R B S マッピング像と同じエネルギーウィンドウを用いた。

メッシュの不規則な形状のためである。

バックグラウンド N_i と正常に注入された N_i との比は、図 3-28 から 4.6 から 9.2% という結果を得た。この値は局所 RBS スペクトル (図 3-25) から得られた値よりも大きい。メッシュの縦線と横線の交差する位置にあるマスク領域の散乱 N_i は、他のマスク領域の散乱 N_i より少ない。この傾向は、図 3-24 (b) の RBS マッピング像にも現われている。

図 3-28 は、表面 N_i の分布も示している。図 3-28 (b) は、図 3-28 の副ピークに対応するウィンドウ 1 中の N_i 分布である。非マスク領域でのスペクトル高の増加が、この分布曲線にも見られる。ウィンドウ 1 に入る N_i の横方向分布は、正常に注入された N_i から生じる主ピークの影響を受けている。すなわち、主ピークの高エネルギー側のすそが、表面 N_i からの信号に重畳している。

主ピークのすそが重畳することによる影響を避けるため、エネルギーウィンドウの幅を縮小した。図 3-28 (c) は、縮小したウィンドウで得た横方向分布である。この分布曲線から、表面 N_i が、マスクの位置に関係なく均一であることが分かる。しかし、光学顕微鏡観察では表面の付着 N_i はマスク領域にのみ見られ、二次電子像はマスク領域と非マスク領域の表面状態の差を示している。従って、表面 N_i は注入中にマスクのスパッタリングによって均一に表面に付着しているが、非マスク領域の表面 N_i は注入イオンの照射によりノックオンやミキシングされ、その結果、表面状態が変わったと考えられる。

3-7 まとめ

集束した高エネルギーイオンビームを用いて RBS 分析を行い、非破壊で試料内部の元素分布を検出する方法を開発した。RBS マッピング法では、ビームを二次元的に走査しながら、一定のエネルギー範囲に入る RBS 信号をシングルチャネルアナライザーで収集することによって、特定深さにある特定元素の二次元分布が検出できる。RBS 断層観察法では、ビームを一次的に走査しながら、すべてのエネルギー範囲の RBS 信号をマルチチャネルアナライザーで収集することにより、その位置での特定元素の断層分布が検出できる。

多層配線構造を模した二酸化シリコン中の 4 層構造の金グレーティングの分

析を行った。4つの金層は、厚さ1000～3000Åの二酸化シリコン層で分離されている。RBSマッピング法により4つのグレーティング層の金の二次元分布を得ることができ、RBS断層観察法により4つの層の金の断面分布を得ることができた。

SOI構造を持つ二酸化シリコン中のGe島パターンの分析を行なった。帯熔融プロセス中の過昇温状態によって生ずるGe層の凝集現象を、断層観察法により観測できた。三次元分析法で得たGe島の最大厚さは、表面粗さ計の測定結果とよく一致し、本分析法の有用性を示した。過昇温によりGe層の膜厚は2倍～3倍に増加することが観測された。定常状態から過昇温状態へと遷移する様子を断層観察し、遷移がヒータの直径300μmよりはるかに小さい40μm程度の間に起きていることが分かった。

埋め込みシリサイド層の形成を目的とした、シリコンへの局所ニッケルイオン注入層の三次元分析を行なった。試料は180keV Ni⁺を $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ のドーズでSiに注入したものである。注入Niの三次元的な分布が鮮明に得られ、マスクされた領域にもNiが検出された。マスクなしの領域の注入Niの9.2%のNiがマスク領域に検出した。エッジの広がりには16μmから25μm(半値幅)であった。

第4章 マスクレス加工層の非破壊三次元分析

4-1 マスクレスイオン注入層への応用

マスクレスイオン注入は、集束イオンビーム (FIB: Focused Ion Beam) 装置の開発によって容易に実現できるようになったが、注入されたイオンの分布やその注入量を評価する事は簡単ではない。その理由は、注入が μm からサブ μm の局所的な領域に対して行なわれるためであるが、マスクを使用した局所注入と比較して、注入ビームの分布が一樣ではないことが分析をさらに困難にしている。

イオン注入では注入量をビーム電流の積分値から求めるが、積分器の誤差や注入されたイオンのスパッタリングや後方散乱などによる誤差がある。また、FIBによる局所注入では、注入部が微小なため、非集束ビーム確立された従来の測定法が使えない。そこで、マイクロプローブによる局所RBS分析により、局所的な注入元素量を測定する必要がある。

また、注入された元素は試料の内部に入るので、電子ビームを用いたAES (Auger Electron Spectroscopy) などの表面分析法では、試料をエッチングする必要がある。一方、RBSによる三次元分析法では、試料の内部の元素分布を非破壊で検出することができるので、注入された元素の二次元分布を迅速に調べることができる。

本節では、マイクロプローブによるRBSを、マスクレスイオン注入層の評価に応用するために、注入元素の検出感度に関する考察を行なう。ここでは、RBS法に関してと、固体検出器 (SSD) に関しての2つについて検討する。

図4-1は、RBS分析で各種の注入イオンに対して得られる検出感度の計算結果を示している。半導体の添加物として使用される代表的な5種類の元素とAuについて計算を行なった。計算は 1.5 MeV He^+ に対して行なった。SSDとビームのなす角は 40° 、マルチチャネルアナライザーの1チャネルあたりのエネルギー幅は 6.6 keV/ch とした。注入イオン種は 100 keV でSiに注入した場合を考え、イオンの深さ方向分布は、それぞれのイオンの飛程と分散を使って計算した。注入イオンの濃度は十分低く、 He^+ の阻止能には影響を与えないと仮定している。

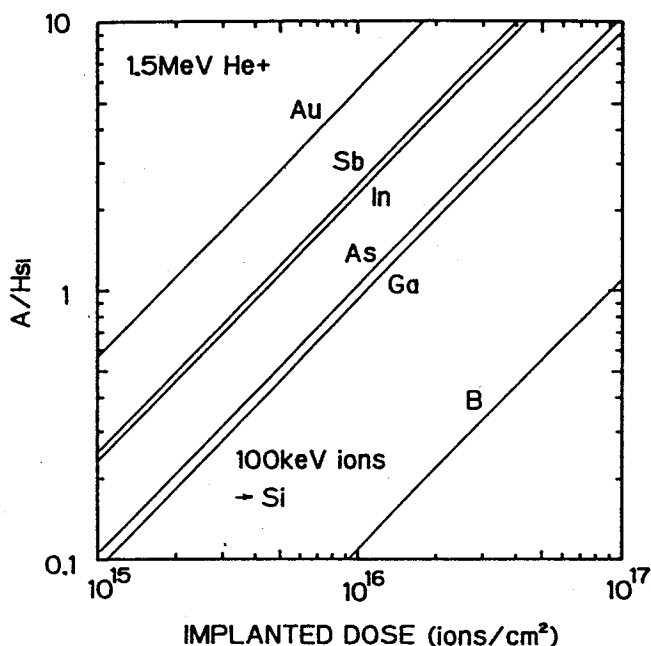


図4-1 1.5 MeV He⁺ RBSにおける各種の注入イオンの検出感度。H_{si}はSiのスペクトルの高さ、Aは注入イオンからの信号の総カウント数。

図4-1で検出感度を評価するパラメータとして A/H_{si} という値を用いる。H_{si}は基板Siの表面部分のスペクトルの高さ、Aは注入イオンから得られる信号の総カウント数である。この比は次式に示すように、

$$N t = \frac{A}{H_{si}} \frac{\sigma_{si}(E_0)}{\sigma(E_0)} \frac{\delta E}{[\epsilon_0]_{si}}$$

RBSスペクトルから、表面近似でイオンの注入量を計算する式に使う。ここで、Nは試料の密度、tは試料の厚さ、 σ_{si} はSiの散乱断面積、 σ は測定元素の散乱断面積、 δE は1チャンネルあたりのエネルギー幅、 $[\epsilon_0]_{si}$ はSi表面での衝突断面積因子である。例えば $A/H_{si} = 1$ の時、注入イオンからの信号が10チャンネルにわたって分布しているとする、注入イオンのスペクトルの高さは、Siスペクトルの1/10となる。

マイクロプローブによる局所RBS分析では、ビーム電流が少ないことと、試料の破壊（第5章参照）を防ぐために照射量に限界があることから、十分な収量を得ることができない。Siに関して、1チャンネルあたり100から、多

くても数100カウントの収量に制限される。もし100カウントの収量がある場合に、注入イオンからの信号が10チャンネルにわたって分布すると仮定すると、 $A/H_{Si} < 0.1$ では1カウントの信号も得られないことになる。

ただし、次節4-2に示すように、注入層の幅がマイクロプローブのスポット径よりも小さい場合、測定値は計算により補正ができるが、検出感度はビーム径と注入層の面積比だけ低下する。また、計算上1カウント以上の信号が得られるとしても、数カウント程度の信号では統計誤差が大きく十分な測定精度を得られない。さらに、ノイズの影響を受けることも考えられる。従って、実際の検出限界を $A/H_{Si} > 1$ と考える。

Bに関しては、図4-1から、 $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ の注入量以下では検出できないことが分かる。また、Bは質量がSiよりも軽いため、そのスペクトルはSiのスペクトルに重畳する。このため、Siの統計誤差の影響を受け、検出感度はさらに低下する。Bを半導体の導電性制御に用いる場合、このような高い注入量を使うことはないため、Bの分析は困難である。

Ga及びAsについては、 $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ が検出限界であるといえる。In及びSbでは検出感度が上がり、 $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 程度が限界値である。半導体へのイオン注入では、一般的には 10^{16} cm^{-2} 程度の注入までが用いられるため、マイクロプローブ分析の応用が可能である。

Auは、質量が他の元素に比べて大きいので検出感度が高く、 10^{15} cm^{-2} 程度の注入量でも検出可能である。ただし、Auは半導体の導電性制御には使わない。

検出感度を上げるためには、後方散乱された粒子の検出効率を上げることが必要である。そのためマイクロプローブ分析系では、エネルギー分解能を犠牲にして検出器(SSD)を試料に近づけ、SSDの立体角を増加させる。しかし、エネルギー分解能の低下は深さ分解の低下をまねき好ましくない。ここでは、SSDと試料の間の距離が、立体角とエネルギー分解能に与える影響を考察した。エネルギー分散の生じる原因は、立体角が大きくなりSSDの検出領域の両端で散乱角に差が生じ、k因子が異なるためである。測定系のエネルギー分散については、ここでは考慮しない。

図4-2は、通常型SSDとアニュラー型SSDに関する計算結果である。通常型SSDの散乱角は 140° に固定してあるが、アニュラー型の方は試料との距離に応じて変化するので、それぞれの位置で変化した値をもとに計算し

ている。各SSDの形状は、実際に本論文で使用したSSDの規格から決めた。通常型SSDの検出領域は、円形で面積 25 mm^2 である。アニュラー型SSDの検出領域は、内径は 4.0 mm 、外径は 12.0 mm のドーナツ型で面積 100 mm^2 である。

SSDの立体角は、通常のRBS分析では数mstr程度であるが、試料との距離を10数mmに近づけると、数10mstrの値が得られる。アニュラー型のSSDは通常型より検出領域が広いため、同じ距離の場合、立体角は4倍近く大きくなる。一方、エネルギー分散は元素に依存し軽い元素ほど大きな値を示す。通常型では、アニュラー型よりも大きなエネルギー分散が生じる。

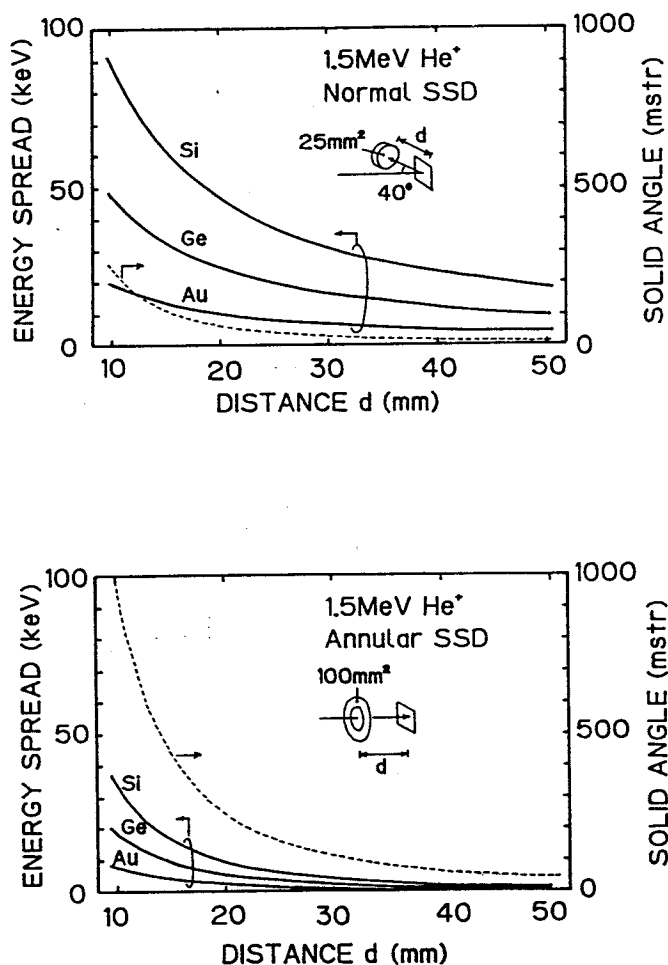


図4-2 SSDと試料との距離に対する立体角と最大エネルギー分散の依存性。実線がエネルギー分散、点線が立体角を示す。通常型SSDとアニュラー型SSDの二つに関して計算した。

この原因は、散乱角が大きいほど、 k 因子の散乱角に対する依存性が小さくなるためである。散乱角の大きい（約 180° ）アニュラー型が通常型よりエネルギー分散が小さくなる。通常型 SSD では、試料と SSD との距離が近い時、散乱角を大きくすると SSD がビームを遮り分析ができなくなるため、大きな散乱角を取れない。

SSD 自体のヘリウムイオンに対するエネルギー分解能が、通常型で 15 keV 、アニュラー型で 20 keV であることを考えると、散乱角の広がりによるエネルギー分散の影響が無視できない値であることが分かる。アニュラー型のエネルギー分散の値が通常型よりも 5 keV 高いが、数 10 mstr の立体角が必要な時には、散乱角の差によるエネルギー分散の方が大きくなり、 5 keV の差はあまり問題にならない。通常型とアニュラー型では、同じ立体角の時、エネルギー分散の値は 1 桁近く小さい。このことから、マイクロプローブ分析ではアニュラー型の SSD の使用が望ましいと言える。

アニュラー型 SSD を試料の近接位置で用いることによって、 100 mstr 以上の立体角が実現でき、通常の RBS 分析系に比べて、1 桁から 2 桁高い散乱断面積が得られる。その結果、検出限界となる注入量をより低くし、同じ注入量に対しては統計誤差を減らすことができる。

イオン注入は半導体の導電性制御に広く用いられているが、近年、大電流イオン源の開発にともない、材料改質にもイオン注入が用いられるようになってきた。例えば、Si に O を注入することにより化学量論的組成を持った SiO_2 を埋め込み形成する SIMOX 構造が提案されている⁴¹⁾。同様に N 注入により Si_3N_4 、Ni 注入により NiSi_2 、Co 注入により CoSi_2 の形成法が提案されている⁴⁴⁾。これらのイオン注入では、いずれも $1 \sim 2 \times 10^{17}\text{ cm}^{-2}$ 程度の高い注入量を使用しており、RBS 法で十分検出可能である（3 章 6 参照）。マイクロプローブによる局所 RBS 分析法に関しては、材料改質のためのイオン注入プロセスへの応用が今後大きく期待される。

4-2 集束イオン注入した金の分析

マスクレス金イオン注入層の注入分布と、その局所ドーズ量を、マイクロプローブを用いて分析した。測定試料への金 (Au) 注入は、集束イオンビーム

(FIB)装置を用いてマスクレスで行なった。使用したFIB装置は、Au-Si-Be液体金属イオン源とE×B質量分析器(Wien filter)を持ち、最大加速エネルギー200 keV、最小ビーム径80 nm (Ga液体金属イオン源使用時)のものである⁵⁰⁾。この装置により、100 keV Au⁺をビーム径1 μmで線状にシリコン(Si)基板に注入した。その際のビーム電流は約10 pAである。注入位置を明確に決定するために、Si基板には、あらかじめ紫外線リソグラフィーとリフトオフ法で厚さ400 Åの電極パターンを形成した。注入時にはイオン誘起二次電子像(SIM像: Scanning Ion Microscope)で電極パターンを確認しながら位置を決定した。

測定には1.5 MeV He⁺マイクロプローブを用いた。ビーム径は4 × 4 μm²で、ビーム電流は50 pAである。分析は140 × 50 μm²の範囲について行い、後方散乱粒子の検出には通常型のSSDを使用し、散乱角は135°である。

注入位置の検出には、まず電極パターンの二次電子像をとり、像を観察しながらマイクロメータで試料を移動させ、注入位置の近くまでマイクロプローブを導く手順を用いる。その後、SCAのエネルギーウィンドウをAuに合わせてRBSマッピング像をとり、注入位置を確認した。

Auは基板のSiよりも質量が大きいので、注入中の基板のスパッタリングは無視できない。また、注入中に残留ガスから取り込まれた炭素が、注入部に堆積する。これらの効果を利用して、表面状態から注入部を特定することができる。図4-3は注入部のイオン誘起二次電子像である。左に電極パターンがあり、注入線は電極パターンから水平方向に延びているが、鮮明な像は得られていない。

図4-4は、注入線の局所RBSスペクトルを示す。分析した注入層への照射量は 6×10^{16} Au⁺/cm²である。このスペクトルから、RBSマッピングのためのエネルギーウィンドウを、図4-4に示すように決定した。このウィンドウは、後方散乱収率を多く取るために、Au信号の現われるエネルギー領域すべてに対応させているため、特定深さの情報は得られない。表面から2000 ÅまでのAuの信号がこのウィンドウに入る。

図4-5は、マスクレス注入したAuのRBSマッピング像を示す。3つの像は異なるAu⁺の注入量、異なるマイクロプローブ(He⁺)の照射量に対応する。図4-5(b)と(c)は同じAuの注入に対して得た像である。左側

の明るい大きなパターンは、注入の際に目印として用いた電極パターンで、電極から右方向へ水平に走っている線が注入部である。

注入線の像は、たかだか1カウントか2カウントの収量しかないが、注入層の位置は鮮明に現われている。図4-5では電極パターンの付近の注入線の像が途切れている。これは、液体金属イオン源の動作が不安定なため、注入分布が不均一になった結果と考えられる。照射量 $1 \times 10^{16} \text{ Au/cm}^2$ の注入線は、 $6 \times 10^{16} \text{ Au/cm}^2$ の線より収量が少ないが、図4-5(c)に観測できるように、マイクロプローブの照射量を増加すれば、より良好な像が得られる。

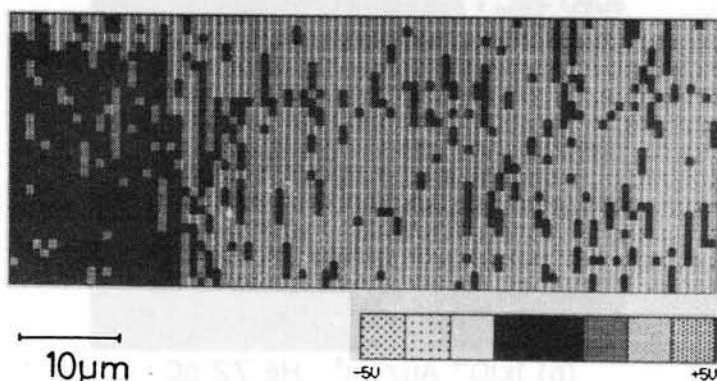


図4-3 マスクレスAu注入したSi基板のイオン誘起二次電子像

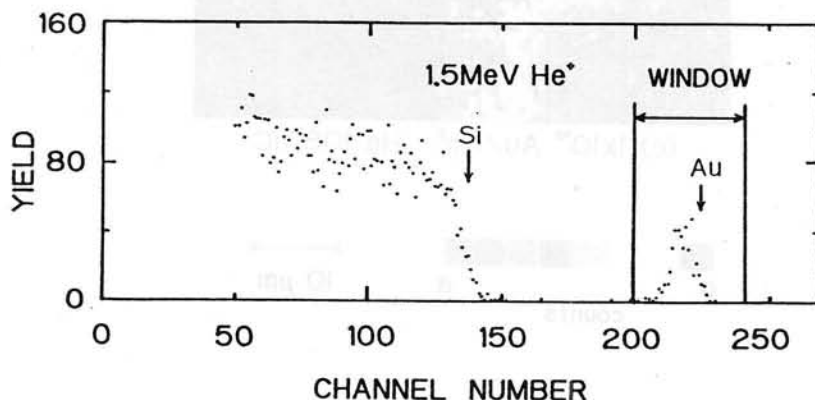


図4-4 マスクレス注入したAu線の局所RBSスペクトル。RBSマッピング法に用いたエネルギーウィンドウを示す。

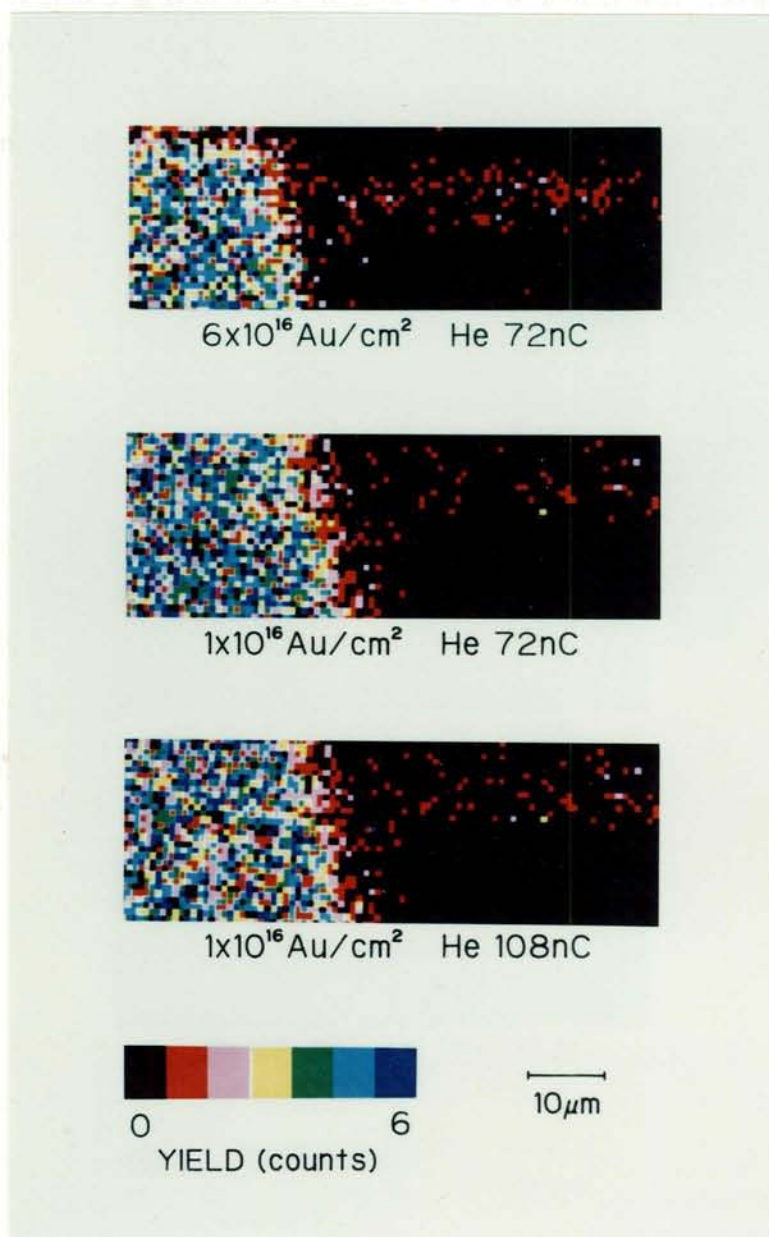


図 4-5 マスクレス注入した Au 線の RBS マッピング像。

図4-6は、注入量 $1, 2, 6 \times 10^{16} \text{ Au}^+/\text{cm}^2$ の注入線の局所RBSスペクトルを示す。基板のSiからのスペクトルは表示していない。図4-6(a)と(b)に対しては、統計誤差を減らすためマイクロプローブの照射量を2倍にしている（すなわち測定時間が2倍になっている）。図ではスペクトルの高さはマイクロプローブの照射量に応じて正規化してある。

100 keVでSiに注入したAuの飛程と分散は、それぞれ400 Åと100 Åである。図4-6のRBSスペクトルでは、表面と深さ400 ÅにあるAuの信号は、それぞれ227チャンネルと220チャンネルに現われる。これらは、図4-6(c)に関しては、よく一致している。図4-6(a)と(b)については統計誤差の影響が大きいが、十分な収量が得られれば、局所注入し

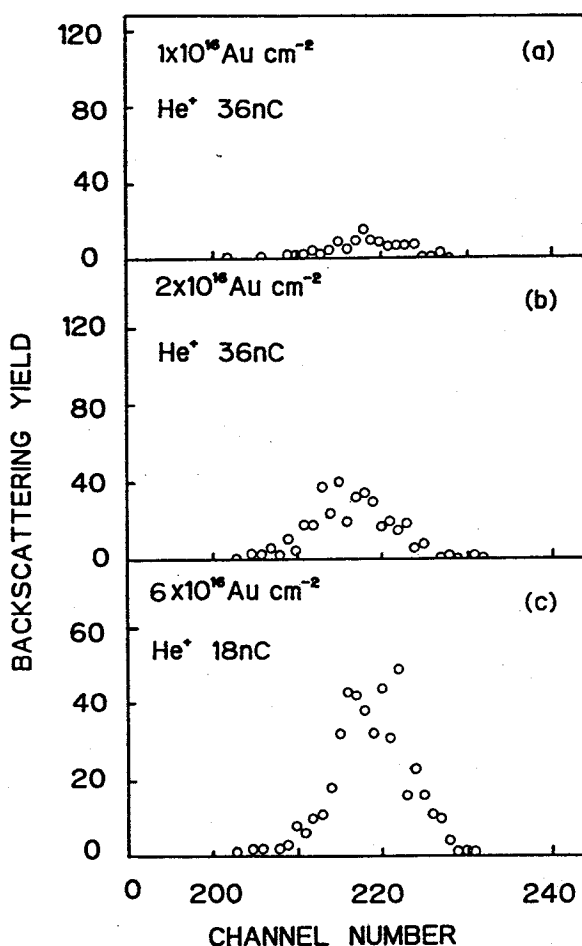


図4-6 Au注入部の局所RBSスペクトル。注入量が(a) 1×10^{16} 、(b) 2×10^{16} 、(c) $6 \times 10^{16} \text{ Au}/\text{cm}^2$

た元素の分布を求めることができる。そのためには、測定時間かビーム電流を増加する必要がある。

局所RBSスペクトルから、実際のAuの注入量を求めた。注入部の線幅とマイクロプローブのビーム径の差を考慮に入れて計算した結果、図4-6(a)、(b)、(c)に対してそれぞれ 4.5×10^{15} 、 1.4×10^{16} 、 $3.9 \times 10^{16} \text{ Au}^+/\text{cm}^2$ であり、統計誤差はそれぞれ9.6、5.1、4.6%である。どの値も注入量よりも少なくなっており、その差は統計誤差以上である。測定で明らかになった照射量の減少は、FIB注入中の高電流密度のAuイオン衝撃によるスパッタリングが原因と考えられる。

4-3 マスクレス描画層への応用

近年、集束したレーザービームを反応ガス雰囲気中の試料基板に照射することによって、基板上にマスクレスで集積回路パターンを描画する技術が研究されている⁵⁵⁾。この方法は、レーザービームの照射による基板の局所温度上昇を利用した熱化学反応によるものと、レーザー光による反応ガスまたは基板の光励起を利用した光化学反応によるものの二つに分類することができる。いずれの場合にも、反応ガスの化学反応による堆積過程であり、CVD (Chemical Vapor Deposition) プロセスと考えることができ、レーザーによって反応を誘起することからLCVD (Laser CVD) と呼ばれている。

LCVDプロセスで問題となるのは、反応ガスと残留ガスから堆積層に混入する不純物である。例えば金属堆積層を形成する場合、反応ガスとしては目的とする金属元素を含む炭素化合物かハロゲン化合物を使用することが多い。この時、形成された金属堆積層には、反応ガス中に化合物として存在したC、O、H、Cl、Fなどの元素が混入する事になる。堆積層を配線として使用する場合には、これらの不純物は配線層の抵抗率を増加させるので深刻な問題となる。LCVDプロセスによる堆積層の評価は、従来AESなどの電子ビームによるマイクロプローブが主に用いられてきた。しかし、堆積反応が局所的かつ不均一に起こるため、堆積層の厚さと不純物の組成は、横方向および深さ方向とも一様ではない。表面の分析しかできない電子ビームのマイクロプローブでは、試料をエッチングする必要があるので、分析に時間を要し、試料を破壊する。

このため、非破壊三次元分析が可能な高エネルギーイオンビームによるマイクロプローブが重要な役割を果たす。本節では、局所RBS法により堆積層中の不純物の三次元分布の評価法について検討する。

堆積層中の不純物は1種類とは限らないが、ここでは簡単のため、単一元素から成る堆積層の1種類の不純物元素が混入している場合を考える。主元素より不純物元素の質量が大きい場合には、RBSスペクトルに両方の元素の信号が現われる。このような場合の組成比の計算法はこれまでに研究されているが³¹⁾、例えば、Cr、Mo、Sn、Wなどの重い金属の堆積層中に軽いO、Cなどの不純物が混入すると、不純物元素の散乱断面積が小さく、その組成比も通常は1よりも小さいため、不純物元素の信号が主元素信号に埋もれてしまう。そこで、本研究では主元素のスペクトルの高さが不純物元素の混入により変化することを利用して、主元素のスペクトルのみから不純物の組成を評価する方法を用いた。

RBSスペクトルで、表面におけるスペクトルの高さ H_0 は、次式のように定義できる。

$$H_0 = \sigma(E_0) \Omega Q N \tau_0 / \cos \theta_1$$

E_0 はビームの入射エネルギー、 $\sigma(E_0)$ は散乱断面積、 Ω は検出器の立体角、 Q はビームの照射量、 N は試料の密度、 τ_0 はマルチチャネルアナライザーの1チャンネルに相当する試料の厚さ、 θ_1 は試料面へのビームの入射角である。マルチチャネルアナライザーの1チャンネルあたりのエネルギー幅を δE とおくと、衝突断面積因子 (stopping cross section factor) $[\epsilon_0]$ により、

$$\delta E = [\epsilon_0] N \tau_0$$

と表わすことができる。この式を用いて H_0 は、

$$H_0 = \frac{\sigma(E_0) \Omega Q \delta E}{\cos \theta_1} [\epsilon_0]^{-1}$$

と表わされ、 H_0 の式から密度 N を消去する事ができる。このことから、均一な試料では H_0 は密度 N に依存しないことが分かる。そして、不純物の組成変化を考える時には、不純物の混入による堆積層の密度変化は考えなくても良いことが分かる。

不純物の混入によって変化するのは $[\epsilon_0]$ だけなので、これについて検討すれば良い。まず、阻止能 ϵ については、堆積層の主元素をP、不純物元素をCとして、その組成比を r とおくと、PとCの密度比は、

$$r_p : n_c = 1 : r$$

ブラッグの規則 (Bragg's rule) より、

$$\varepsilon = \varepsilon_p + r \varepsilon_c$$

$[\varepsilon_\theta]$ の定義から (表面エネルギー近似を適用)、

$$[\varepsilon_\theta] = \frac{k}{\cos \theta_1} \varepsilon(E_\theta) + \frac{1}{\cos \theta_2} \varepsilon(k E_\theta)$$

この式にブラッグの規則の式を代入して、

$$[\varepsilon_\theta] = [\varepsilon_\theta]_p + r [\varepsilon_\theta]_c$$

ただし、 θ_1 と θ_2 はそれぞれビームの入射角と出射角である。結果的に、

$$H_\theta = \frac{1}{[\varepsilon_\theta]_p + r [\varepsilon_\theta]_c}$$

という関係が得られる。従って、 r が増加すると H_θ は減少する。

ここで不純物のない ($r=0$) 試料の標準スペクトルが与えられ、その表面でのスペクトルの高さを $H_{\theta 0}$ とし、 r の値が不明な不純物の混入した試料のスペクトルの表面の高さが $H_{\theta 1}$ であった時、 $H_{\theta 0}$ と $H_{\theta 1}$ の値から不純物の混入比 r を求められる。まず、 $H_{\theta 0}$ と $H_{\theta 1}$ をそれぞれ以下のようにおく。

$$H_{\theta 0} = \frac{\sigma(E_\theta) \Omega Q \delta E}{\cos \theta_1} [\varepsilon_\theta]_p^{-1}$$

$$H_{\theta 1} = \frac{\sigma(E_\theta) \Omega Q \delta E}{\cos \theta_1} ([\varepsilon_\theta]_p + r [\varepsilon_\theta]_c)^{-1}$$

$H_{\theta 0}$ を $H_{\theta 1}$ で割って、

$$\begin{aligned} \frac{H_{\theta 0}}{H_{\theta 1}} &= \frac{[\varepsilon_\theta]_p + r [\varepsilon_\theta]_c}{[\varepsilon_\theta]_p} \\ &= 1 + r \frac{[\varepsilon_\theta]_c}{[\varepsilon_\theta]_p} \end{aligned}$$

r を求めると、

$$r = \frac{[\varepsilon_\theta]_p}{[\varepsilon_\theta]_c} \left(\frac{H_{\theta 0}}{H_{\theta 1}} - 1 \right)$$

この式から、 P と C の両元素の $[\varepsilon_\theta]$ を用いれば、スペクトルの高さの比から r を計算できることがわかる。ただし、上式は不純物が 1 種類の時にのみ有効であり、2 種類以上の不純物がある時には、別の方法で不純物の存在比率を調べなければ r を計算する事はできない。

不純物が主元素に与える影響を、シミュレーションで計算した。対象とする試料は、酸化 Si と酸化 Sn で不純物が O であるとしている。ただし、目的に

よってはOが必要なこともあり、主元素よりも不純物元素の量が多い場合も考慮している。測定系の条件は、本研究で用いたものに合わせた。検出器の散乱角は 140° とする。エネルギー分解能は実験で得た測定系の分解能をそのまま入力した。RBSシミュレータにはRUMP³²⁾を使用した。

図4-7は、酸化Siの酸素組成を変えた時のRBSスペクトルの変化を示している。O及びSiに関する深さ軸の計算には、試料の密度が必要であったが、 $\text{SiO}_{0.5}$ とSiOに対しては、 SiO_2 とSiがそれぞれの組成比を満たすように均一に混じり合っているものと仮定した。OとSiの散乱断面積に大きな差はないため、ここではOとSiの両方の信号が観測される。通常のRBS分析では、OとSiのエッジの高さの比から組成比を求めるが、この図に示されるように、Oの組成比が増えるに従いSiのスペクトルの高さが減少しており、Siのスペクトルだけからも酸素組成が計算できることが分かる。Oのスペクトルを使う場合、深さ方向に組成比が変化してOのエッジが不明瞭になると、エッジの高さの比を求めることが困難になる。しかし、Siのスペクトルの高さを使う方法では、Oのエッジが不明瞭でも計算は可能である。

図4-8は、酸化Snの酸素組成を変えた時のRBSスペクトルの変化を示している。計算に用いた試料の密度は、Sn、SnO、 SnO_2 の実際の値を使った(表4-12参照)。Snの散乱断面積はOの散乱断面積に比べて43.1倍大きいので、Oの信号はほとんど観測できない。 SnO_2 の場合にはOはSnの2倍存在するが、図4-8ではOのエッジは非常に小さい。このため、エッジの高さの比率から組成比を計算することは不可能である。一方、Snのスペクトルの高さは、酸素組成に対応して変化している。Snのスペクトルの高さから酸素の量を評価することが可能である。図4-8から、深さ方向に組成変化のある試料でも、組成と変化のあった深さの概算値を求められる。

スペクトルの高さから不純物の組成を測定する場合に重要なことは、測定ビームの照射量の精度である。照射量は、試料電流の積分値から計算するが、二次電子の放出により誤差を生ずる。比較用の標準スペクトルを同時に測定しても、試料が変わったり、表面状態が変われば二次電子放出率が変化し、同じ条件で照射量の測定ができなくなる。二次電子放出は、試料にバイアス電圧をかけることにより抑えられるが、試料が絶縁体の場合、チャージアップが起り、二次電子を完全に抑えることが困難になる。

チャージアップの起きる試料で照射量を正確に測定するには、表面に導電性

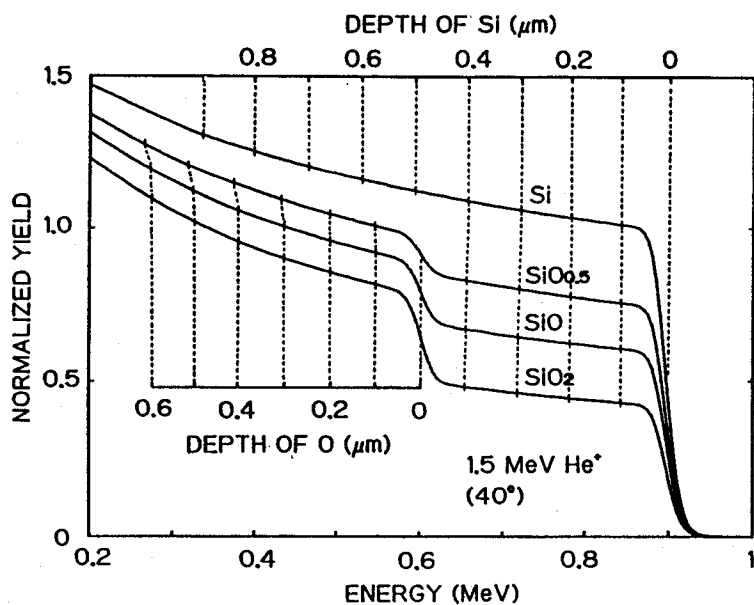


図 4-7 酸化 Si の RBS スペクトルの酸素組成依存性

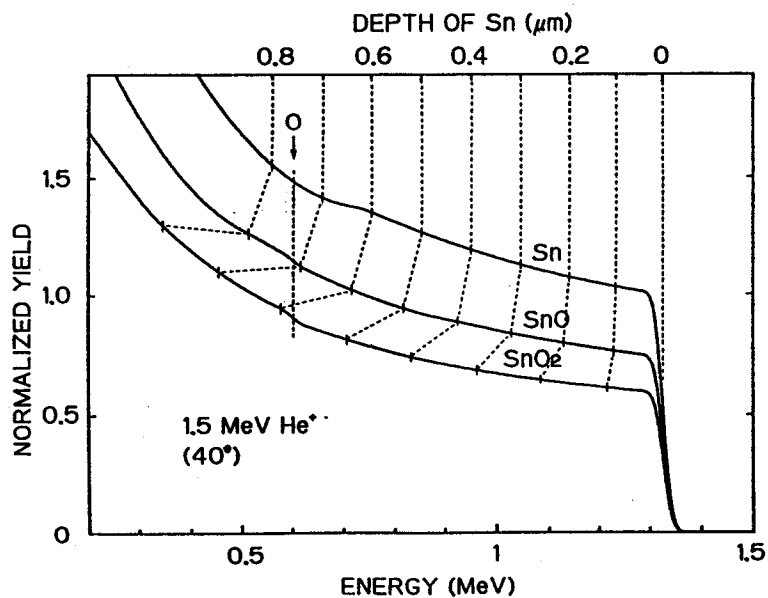


図 4-8 酸化 Sn の RBS スペクトルの酸素組成依存性

の薄膜を付けて蓄積された電荷を逃がせば良い。電子ビームによるマイクロプローブでは表面のみしか分析できないので、表面に薄膜をつけて分析することはできないが、RBS法では表面薄膜を通して試料を分析することができる。表面薄膜が試料スペクトルに与える影響が問題となるが、これについて調べた結果を図4-9に示す。

測定試料としてはバルクの SiO_2 を使い、表面層の影響を小さくするため、 H^+ ビームで分析した。表面導伝層には、スパッタ蒸着による厚さ50ÅのAuの薄膜を使用した。これは走査電子顕微鏡観察においてチャージアップ防止に用いられる方法と同じである。図4-9の上側のAu薄膜なしで測定した SiO_2 基板のスペクトル、下側はAu薄膜を付けて測定した SiO_2 基板のスペクトルである。2つを比べてわかるように、SiとOのエッジの移動は1チャンネル以下であり、測定系のエネルギー分解能よりもはるかに小さい。またス

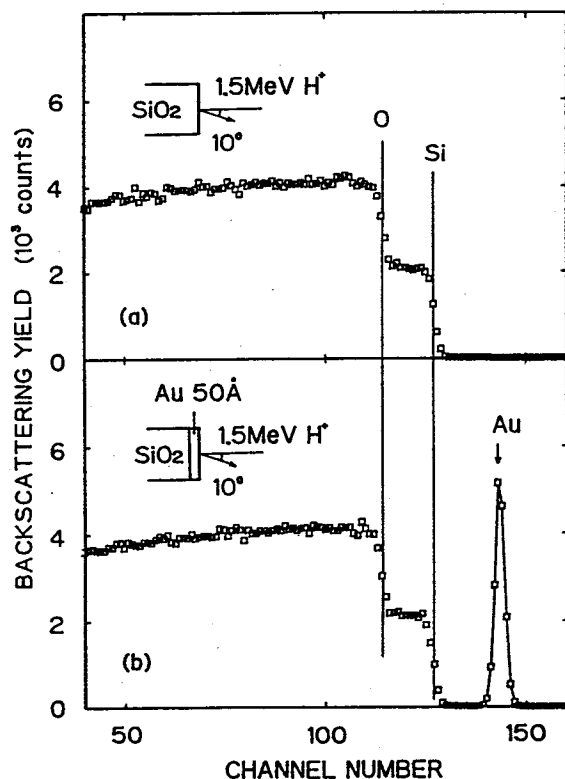


図4-9 チャージアップ防止用表面Au薄膜の SiO_2 スペクトルに与える影響

ペクトルの形状に変化は見られない。さらに、 SiO_2 の信号は Au の信号と完全に分離できるので、 Au 薄膜の影響を無視できる。質量が大きく、信号が Au と重畳する試料の場合には、この方法を用いることができないが、質量の比較的小さい元素からなる試料の場合には、有用な方法である。このような表面導電層を形成し、同時に試料に適度なバイアスを加えることにより、二次電子を十分に抑えることができ、試料の状態に依存しない照射量の測定が可能になる。

4-4 マスクレス描画したモリブデン線の分析

GaAs 基板上にレーザー照射によりマスクレス描画したモリブデン (Mo) 線の分析を行なった。このプロセスでは、半導体集積回路の配線材料の一つである Mo をマスクレスで堆積することにより、集積回路の個別化を行なうことを目的としている。反応ガスとしてカルボニル化合物を用いるため、堆積した Mo 層に反応ガスから導入した炭素 (C) や酸素 (O) が混入する。これらの混入物は表面近傍の AES (Auger Electron Spectrometry) 分析で確認されている。混入物は堆積層の電気伝導率を低下させるため、配線として用いるためには混入物を減らすことが重要な点である。

Mo 線の堆積は、室温の $\text{Mo}(\text{CO})_6$ 雰囲気 (約 0.1 Torr) 中に置いた GaAs 基板に、集束した Ar^+ レーザー光 (514.5 nm) を照射して行なった⁵⁴⁾。ビーム径 $18.6 \mu\text{m}$ ($1/e^2$) のレーザー光を基板に照射し、局所的に基板温度を上昇させ、表面に吸着する $\text{Mo}(\text{CO})_6$ を熱解離させて Mo を堆積する。線パターンはレーザービームを走査して形成する。 Mo 線の線幅は基板表面の温度分布に依存するが、低レーザーパワー領域では線幅はビーム径より小さい。

分析には 1.5 MeV He^+ マイクロプローブを用いた。ビーム径は $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ で、ビーム電流は 100 pA であつた。走査範囲は、二次電子像は $44 \times 22 \mu\text{m}^2$ 、 RBS マッピング像は $70 \times 25 \mu\text{m}^2$ であつた。後方散乱粒子の検出には通常型の SSD を使用し、散乱角は 135° である。

図 4-10 (a) は、マイクロプローブで得た堆積線の二次電子像である。 Mo 線はレーザーパワー 0.6 W 、走査速度 $6 \mu\text{m/s}$ で堆積した。堆積線の

像が不明瞭であるのは、堆積Mo線の表面形状が不均一であるためである。幅 $3\text{ }\mu\text{m}$ の主要な線の周囲に堆積層の広がりが見られ、線の左側では中心から最大約 $10\text{ }\mu\text{m}$ の位置まで達している。計算で求めた基板の温度上昇はmスポット中心から $10\text{ }\mu\text{m}$ の位置で 210°C であった。一方、 $\text{Mo}(\text{CO})_6$ は 150°C 以上で解離するため、この広がった部分も堆積したMoだと考えられる。

図4-11(b)は、同じ堆積線の局所RBSスペクトルである。白丸印は堆積線中央のスペクトルを表わす。黒丸印は比較のためのGaAs基板のスペクトルであり、堆積線から離れた場所で測定している。図4-11では、GaAsのスペクトルの高さを、堆積層のスペクトルの高さに正規化して表示している。2つのスペクトルの比較から、堆積線にMoが存在していることが分かる。しかし、Moの信号は非常に弱く、混入物が多量に存在するか、Moの分布が不均一であると考えられる。

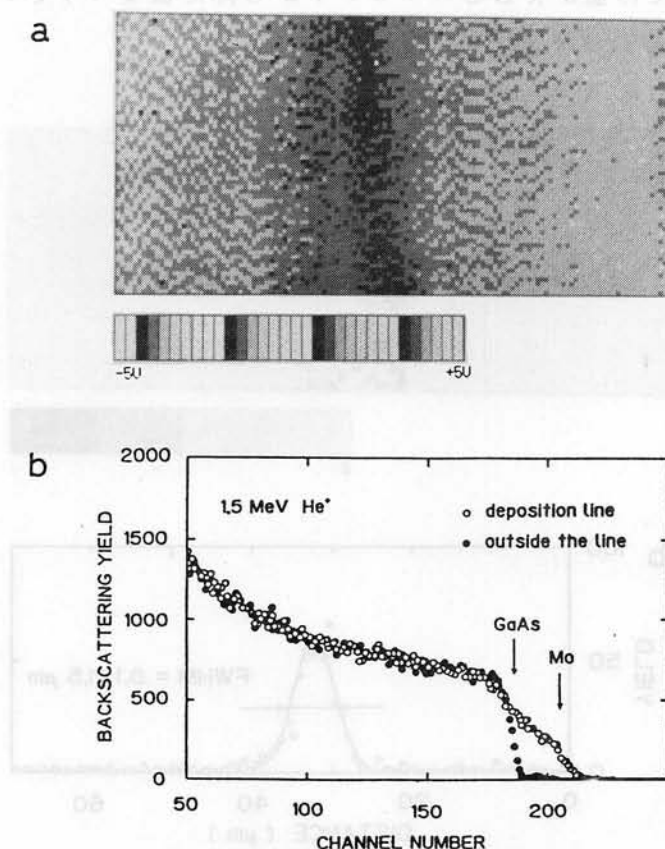


図4-10 (a) GaAs上に堆積したMo線のイオン誘起二次電子像。(b) Mo線の局所RBSスペクトル。

図4-11(a)はMo線のRBSマッピング像を示す。図4-10で分析した堆積線とは別の試料である。SCAのエネルギーウィンドウは、GaAs基板の信号に重なる部分を除いて、Moの現われるすべてのエネルギーに合わせた。このRBSマッピング像を得るのに要したマクロプローブの照射量は $4.3 \times 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ であった。RBSマッピング像の最大収量は4カウントであるが、Mo線の像は鮮明に現われている。

図4-11(b)は、RBSマッピング像から得たX方向のMoの分布曲線である。この分布は、堆積線を横切る方向のMoの量の位置依存性を表わしている。白丸印はRBSマッピング像から得た値を示し、実線はそれに適合するガウス分布を示す。適合した曲線の半値幅は、統計誤差を考慮して $8.1 \mu\text{m} \pm 1.5 \mu\text{m}$ であり、そこからビーム径を考慮して計算したMo線の幅は $7.5 \mu\text{m} \pm 1.6 \mu\text{m}$ となる。光学顕微鏡観察からMo線の幅は約 $6 \mu\text{m}$ であったが、光学顕微鏡での値がRBSマッピングから得た値より小さいのは、表面に薄く付着するMoまで考慮していないためである。

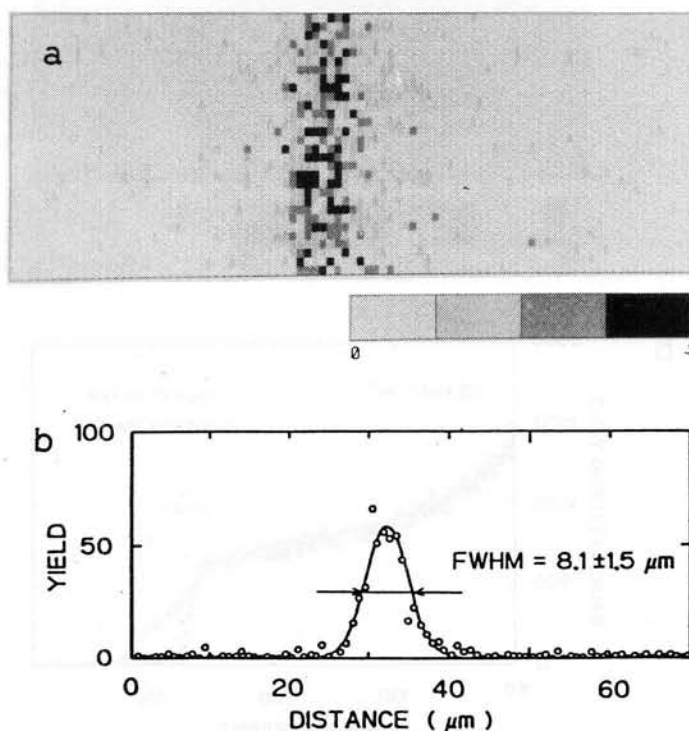


図4-11 (a) Mo線のRBSマッピング像。(b) RBSマッピング像から得たX方向のMoの分布。

4-5 マスクレス描画した酸化スズ線の分析

GaAs 基板上にレーザー照射によりマスクレス描画された酸化スズ線の分析を行なった。このプロセスは、GaAs 上に導電層をマスクレスで形成することを目的とし、任意の位置に配線を形成して集積回路の個別化を行なう。レーザー誘起化学反応では、残留ガスからの酸素などの混入物が堆積層の電気伝導率を低下させるが、スズの場合には他の金属と異なり二酸化スズに電気伝導性があることから、混入物があっても配線に使用できる可能性がある。

酸化スズ線の堆積は、20 Torr SnCl₄ 雰囲気中に置いた GaAs 基板に、集束した Ar⁺レーザー光 (514.5 nm) を照射して行なった⁵²⁾。Ar⁺レーザー光のビーム径は 18.6 μm (1/e² 強度) で、ビームの走査速度は 6 μm/s である。レーザー照射により基板表面の温度上昇が起こり、熱化学反応によって SnCl₄ が解離して堆積が起きる。堆積実験ではレーザーパワー 300 mW 以上での反応が確認されているが、分析は 3 つのレーザーパワー 300、350、400 mW で堆積した酸化スズ線に対して行なった。

表 4-1 Sn とその酸化物の特性

	色	格子定数 (Å)	密度 (cm ⁻³)	電気抵抗率 (Ω・cm)
Sn (正方)	白	a=5.81970 c=3.17488	3.70×10 ²²	1.28×10 ⁻⁵
SnO	黒・灰	a=3.80 c=4.84	2.9×10 ²²	6.7×10 ⁵
SnO ₂	透明	a=4.74 c=3.19	2.8×10 ²²	10 ⁻³ - 10 ⁸ (dopantに依存)

局所 RBS 分析の他に、AES (Auger Electron Spectrometry) による堆積層表面の分析を行なったが、堆積層の表面組成はスズ (Sn) の他に大量の酸素 (O) が導入されていることがわかっている。そこで以下では、堆積層の組成を SnO_x の形で表わす。堆積に用いた反応チャンバは、 SnCl_4 導入前にロータリーポンプで真空引きしてあるが、残留ガスを十分に排気できていないため、堆積層に含まれる酸素は残留ガスから混入していると考えられる。表 4-12 は Sn とその酸化物の特性を示している。Sn と SnO_2 は導電性があるが、SnO は絶縁物である。堆積層はこれら 3 つが混合した組成になっている可能性がある。AES 分析の際にはチャージアップ効果が発生して、スペクトルにエネルギーシフトを生じ十分な精度で測定ができなかった。このことから、堆積層が SnO の形になっていることが考えられる。

分析には 1.5 MeV He^+ マイクロプローブを用いた。測定場所を決定するための二次電子像を測定する時には、ビーム径は $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ であった。断層観察を行なうときには、対物スリットを開くことにより $3 \times 12 \mu\text{m}^2$ にビーム径を広げた。断層観察時のマイクロプローブの走査方向を X 方向にしているため、Y 方向のビーム径を広げても断層観察像の解像度が悪くなることはなく、また、試料の単位面積あたりのマイクロプローブの照射量を減らすことができる。測定時のビーム電流を $100 \sim 200 \text{ pA}$ とし、ビームの走査範囲は X 方向に $400 \mu\text{m}$ とした。

後方散乱粒子の検出には通常型の SSD を使用し、散乱角は 140° である。この分析では、マイクロプローブ照射量の正確な測定が本質的に重要な問題であるため、測定時には試料に 100 V の直流バイアスを印加し二次電子の放出を抑制した。その際、試料にチャージアップが発生すると、試料の局所的な電位が上がり、二次電子を十分に抑制できなくなる。本実験の場合には、GaAs 基板と堆積層を交互にマイクロプローブで照射して試料電流の変化を観測したが、2 つの場所間での電流差は見られなかった。マイクロプローブ照射をしない時の漏れ電流は $1 \sim 1.5 \text{ pA}$ であり、十分無視できる程度の値であった。計算で求めたスペクトルと実験で得たスペクトルとの比較を行なったが、計算で用いる He^+ の照射量は、GaAs 基板のスペクトルで補正している。これは同じ Sn でも基板が変わると二次電子放出率が変わるためである。

図 4-12 は堆積した SnO_x 線の光学顕微鏡写真とそれに対応する断層観察像を示す。堆積に用いたレーザーパワーは 300 mW と 350 mW である。

断層観察測定では、堆積線を横切る方向にマイクロプローブを走査した。断層観察像では、SnとGaAsのエッジはそれぞれ216チャンネルと196チャンネルに現われる。断層観察像からSnのX方向と深さ方向の組成の変化がわかる。またGaAsの信号も同時に観測されるので、堆積層の膜厚が薄いところでは、堆積層の膜厚分布を知ることができる。ただし、堆積層の厚さは5 μm 以上あり、SnとSnO₂ 中での1.5 MeV He⁺ の測定可能深さは、それぞれ1.0 μm と0.8 μm であるため、堆積層の深い部分は分析できない。

図4-12の断層観察像では基板のGaAsと堆積したSnO_x 層のSnの信号が見えている。Snの信号では堆積層内の収量(yield)の変化が見られる。像中央の低収量部分は、堆積線の中心部に形成されている溝に相当する。この溝はレーザービームを直接照射した部分で、エッチング反応とデポジション(堆積)反応とが競合して形成されたものである⁵²⁾。中央部の収量の変化は形状効果であるが、中心部の溝の付近の高収量部分はSnO_x の組成変化によるものと考えられる。さらに低収量部分が高収量部分の周辺に見られる。さらにその外側は堆積線の端部にあたり、ごく少量のSnがGaAs基板の表面に堆積していることが分かる。

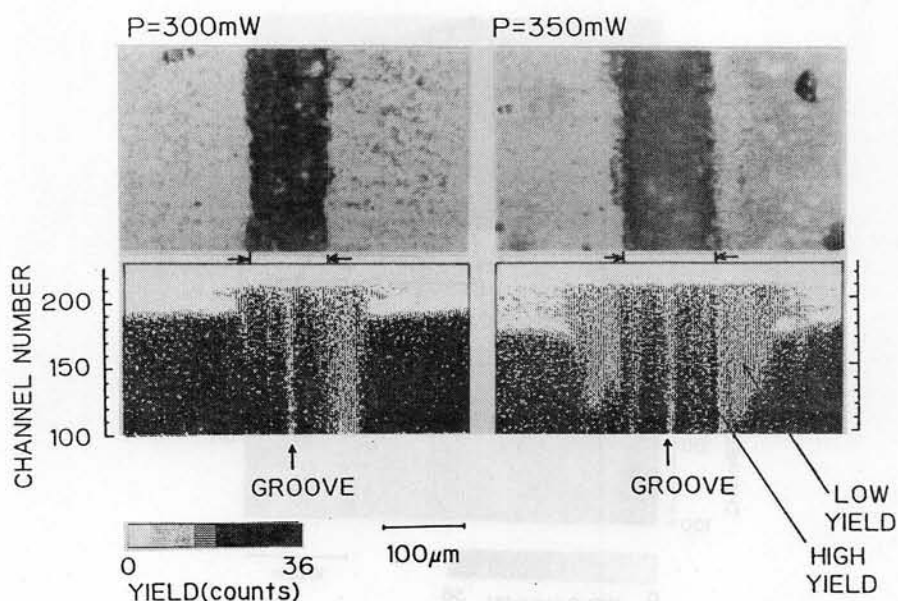


図4-12 レーザーパワー300mWと350mWで堆積したSnO_x 線の光学顕微鏡写真と断層観察像

図4-13はレーザーパワー400 mWで堆積された SnO_x 線の光学顕微鏡写真と断層観察像である。光学顕微鏡写真の上部は堆積線の終端部を示している。この写真からは判断できないが、光学顕微鏡観察で堆積層に透明な物質が観測された。堆積線の幅は堆積条件によっては $30\text{ }\mu\text{m}$ のものも得られているが、この線は $350\text{ }\mu\text{m}$ と幅広い。堆積機構を調べるためにこのような幅の広い線を分析した。断層観察像では、堆積層の幅がマイクロプローブの走査範囲とほぼ同様の大きさを持っているので、基板のGaAsからの信号はほとんど現われていないが、像の端の付近にだけ基板の信号が現われている。この付近では、図4-12で分析された線と同様に SnO_x 層が薄い($0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下)。

レーザーパワー400 mWの線の中央部には、光学顕微鏡写真に見られるように、明瞭な溝が形成されている。後方散乱収量は測定対象の表面形状に依存するため^{31, 32)}、溝の影響が断層観察像にも現われている。図4-13の断層観察像に見られるように、溝の片方の壁では収量が高く、もう一方の壁では収量が低くなっている。これは、Hobbs²¹⁾の指摘した "positive step" と "negative step" に相当すると考えられる。すなわち、検出器の方を向いた段差

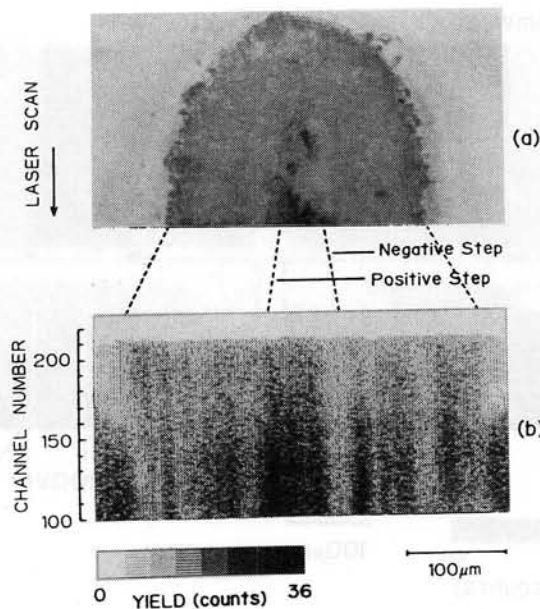


図4-13 レーザーパワー400 mWで堆積した SnO_x 線の光学顕微鏡写真と断層観察像

では高い収量を得られ、検出器の陰になる段差では収量が低くなる。検出器とビームのなす角が大きいほど、この傾向は強くなる。いずれにしても、溝の壁付近で現われている収量の変化は、 SnO_x の組成変化ではなく形状効果によるものと考えられる。

溝を除いた周辺部分では滑らかな表面が得られているにもかかわらず、収量に変化が見られる。これは SnO_x の組成が変化したためと考えられる。すなわち、この部分では、図4-13はSnの組成に関する断層観察像と見なせる。収量の変化が生ずる原因は、Sn中への混入物の量が変わったためであるが、混入物としてOが主であることはAES測定から確認されているが、その他にC、Cl、Ga、Asなどの元素が考えられる。RBS分析のみで各混入物それぞれの組成を同定できないが、堆積層の総合的な質及びその変化を知ることが可能である。

図4-14は、レーザーパワー300 mWと400 mWで堆積した SnO_x の中央部の局所RBSスペクトルを比較している。形状効果を避けるため、中央部の溝をはずした場所を測定している。実線は計算で求められたSnとその酸化物のRBSスペクトルを示す。実験で得たスペクトルは SnO_2 のスペク

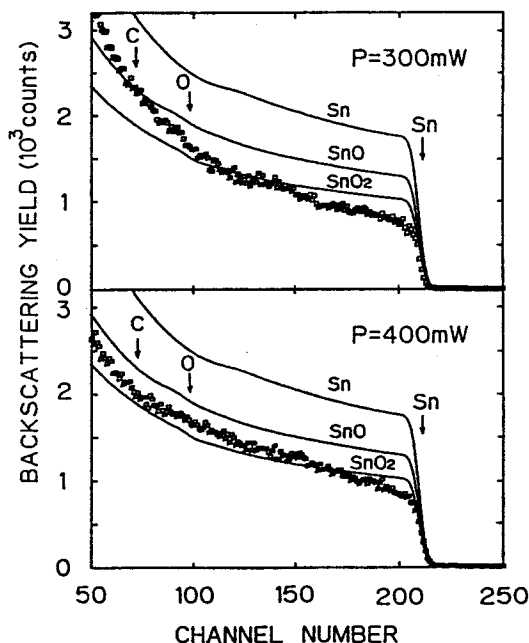


図4-14 レーザーパワー300 mW、400 mWで堆積した SnO_x 線の局所RBSスペクトルと計算で求めたSn、SnO、 SnO_2 のRBSスペクトルとの比較

トルに近い形を示しているが、 SnO_2 より低い収量を示している。 Sn の酸化物 SnO_x では x の値が1と2のものしか存在しないので、これはO以外の混入物の影響である。図4-14には混入物のスペクトルが特に現われていないので、質量の軽い炭素(C)が混入しているものと考えられる。OがSnより多い SnO_2 のスペクトルの場合でも、Oの信号はほとんど現われていないことから、Snと同程度かそれ以下の量のCが混入していても、Cの信号は実際のスペクトルには現われない。異なるレーザーパワーで得た2つのスペクトルを比較すると、レーザーパワー400 mWの堆積線の方が SnO_2 により近いスペクトルを示している。これらの結果は、化学量論的組成の SnO_2 を得るためには高いレーザーパワー（すなわち高い反応温度）が必要であることを示している。

図4-15はレーザーパワー350 mWで堆積した SnO_x の中央部の局所RBSスペクトルである。溝の形状効果を受けない場所を選んでおり、図4-12の高収量部分に相当する。300 mWから400 mWまでの3つのレーザーパワーの堆積線について、どれも表面近傍（150～210チャンネル）で収量の低下が見られ、これは炭素の混入によるものと考えられる。表面付近の収量の低下はレーザーパワー400 mWによる堆積線が最も少ない。

図4-14と図4-15の3つのスペクトルを重ねて表示したものが図4-16である。先に述べたように、レーザーパワーとRBSスペクトルの依存性は見られるが、その差は大きなものではなく、3つのレーザーパワーに対して、ほぼ SnO_2 に近いスペクトルが得られている。ただし、酸素の混入のみで収量が決定されていれば問題はないが、AES分析で測定できない内部層に他の混入物があると、酸素と第2の混入物の組合せで SnO_2 に近い収量が得られる可能性もある。

図4-17はレーザーパワー350 mWで堆積した SnO_x 線内の3箇所得た局所RBSスペクトルを比較している。四角形印のスペクトルにはSn層の下GaAs層のエッジが見えている。さらに120～200チャンネル付近に現われている上層のSnのスペクトルの収量は、逆三角印で示すスペクトルに比べて低い。端部では中央部より反応温度が低いため、混入物が多くなるためであると考えられる。また、三角印のスペクトルは堆積層中央の溝に対応しているので、これに関しては、形状効果が原因で収量が低下している。

図4-18はレーザーパワー400 mWによる堆積層の局所RBSスペクト

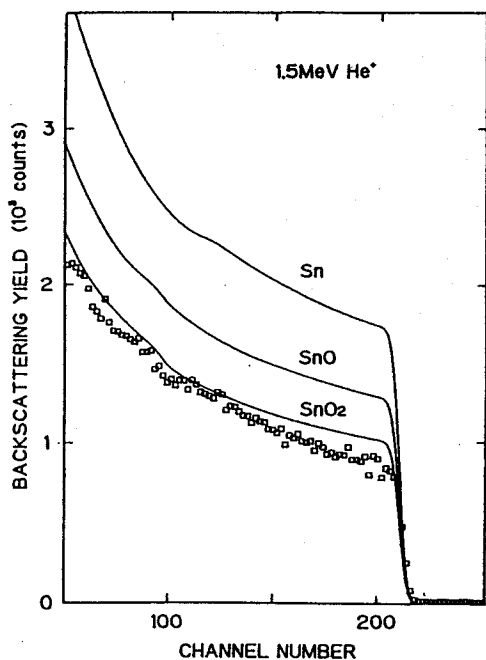


図 4-15 レーザーパワー 350 mW で堆積した SnO_x 線の局所 RBS スペクトル

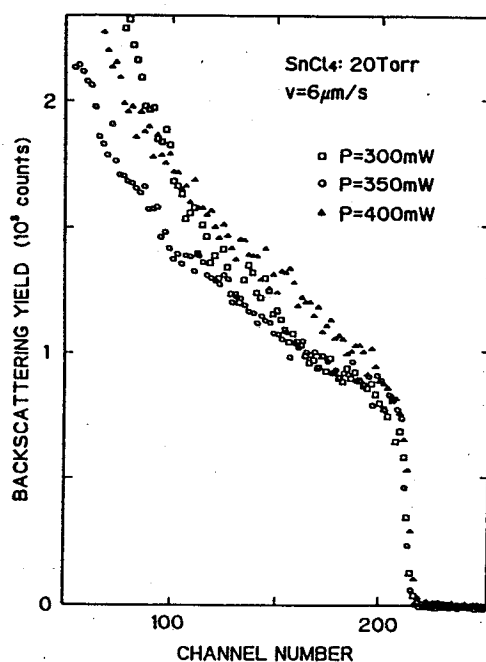


図 4-16 SnO_x 線の中央部の局所 RBS スペクトルのレーザーパワー依存性

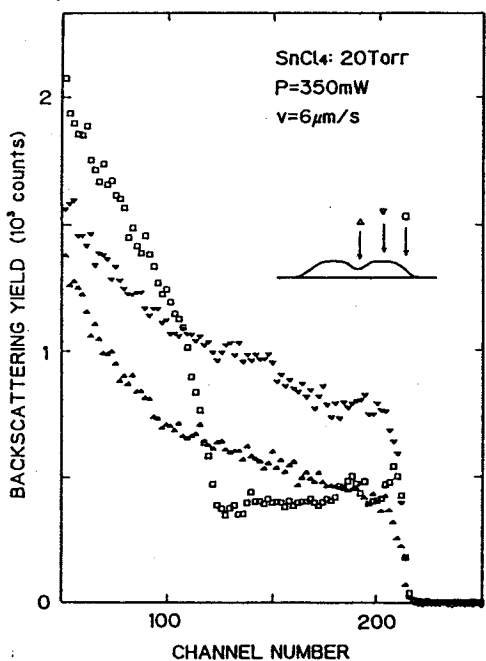


図 4-17 レーザーパワー 350 mW で堆積された SnO_x 線の RBS スペクトルの位置依存性

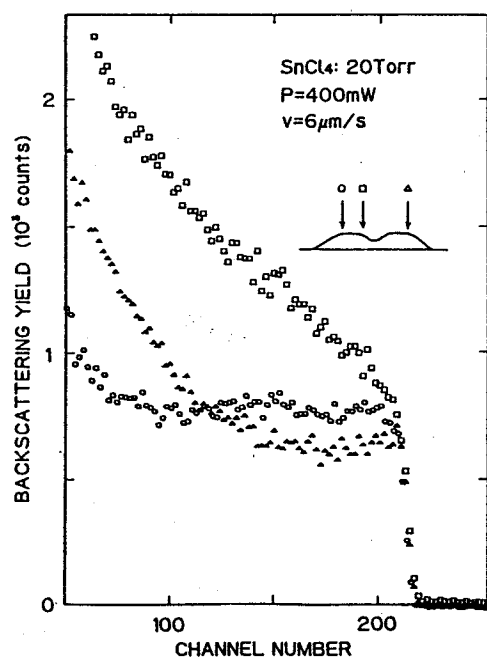


図 4-18 レーザーパワー 400 mW で堆積された SnO_x 線の RBS スペクトルの位置依存性

ルである。表面付近の収量は3つのスペクトルとも同程度だが、線の端部のスペクトルでは、堆積層内部で（すなわちスペクトルの低エネルギー側で）収量の低下が見られる。これは表面では混入物が少なくても、堆積層の深い所では混入物が増加していることを示している。このような情報は、AES分析では試料をエッチングしない限り得られない。局所RBS分析では、混入物による SiO_x の不均一な組成を、試料のエッチングやへき開をしないで調べることができる。

4-6 マスクレス描画埋め込み二酸化シリコン線の分析

フェライト基板上にマスクレス描画した二酸化シリコン (SiO_2) 線を高エネルギーイオンマイクロプローブで分析した。フェライトは透磁率が高く磁気材料として重要な物質であり、磁気テープやフロッピーディスクなど磁気記録媒体用の磁気ヘッドに用いられている。これらの媒体の記録密度を向上させるには、磁気ヘッド部の微細化が必要である。機械的加工では限界があるため、これに代わる方法が研究されている。レーザー誘起化学反応を利用した磁気ヘッド部の作成は、基板に大きな損傷を与えないで、微細なヘッド部を精度よく加工できる。本研究で分析したフェライト基板上的 SiO_2 線の埋め込み堆積法は、ギャップを SiO_2 が埋める形になり、微細なギャップを機械的に安定した構造で作成できるので、このためレーザーによる方法は有望なプロセスの一つと考えられている。

二酸化シリコン線は160 Torr SiCl_4 雰囲気中に置いた単結晶Mn-Znフェライト基板に集束したAr⁺レーザー光(514.5 nm)を照射して堆積した⁵³⁾。Ar⁺レーザー光のビーム径は18.6 μm ($1/e^2$ 強度)で、ビームの走査速度は9 $\mu\text{m}/\text{s}$ である。堆積はレーザー照射により基板表面の温度上昇が起こり、熱化学反応によって SiCl_4 が解離して起こる。反応はレーザーパワー150 mW付近から起こるが、本実験では327 mWから467 mWで堆積した線を分析した。堆積の機構は、熱により反応ガスが活性化し、フェライトと反応してエッチングが起こり、溝を形成するとともにSiの堆積が起こる。その際に、堆積Siは残留ガスから酸素を取り込んで酸化Siとなり、堆積層はエッチングされた溝を埋め、その部分にあったフェライト

と入れ替わる形になる。Siの酸化物は SiO_2 のみであるので、条件が合えば堆積層は SiO_2 で占められるが、条件が合わなければSiと SiO_2 の混合物となり見かけ上 SiO_x ($0 < x < 2$)の形の組成を取るものと考えられる。

分析には1.5 MeV He^+ マイクロプローブを用いた。ビーム径は $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ で、ビーム電流は100 pAである。後方散乱粒子の検出には通常型のSSDを使用し、散乱角は 135° である。RBS分析に要したマイクロプローブ(He^+)の照射量は試料電流から計算したが、二次電子放出による誤差を避けるため、DC100 Vのバイアスを試料に印加した。

図4-19はマイクロプローブによって得た SiO_2 堆積層の二次電子像である。像の中央の黒い線が堆積層である。その周囲の白い線が溝の縁にあたる。溝の周辺部で二次電子強度に変化が見られるが、これはフェライト基板上に付着したシリコン酸化物と考えられる。マイクロプローブを基板の位置まで動かす際、光学顕微鏡で堆積層に蛍光発光が見られた。この蛍光は、堆積層に SiO_2 が存在していることを示している。

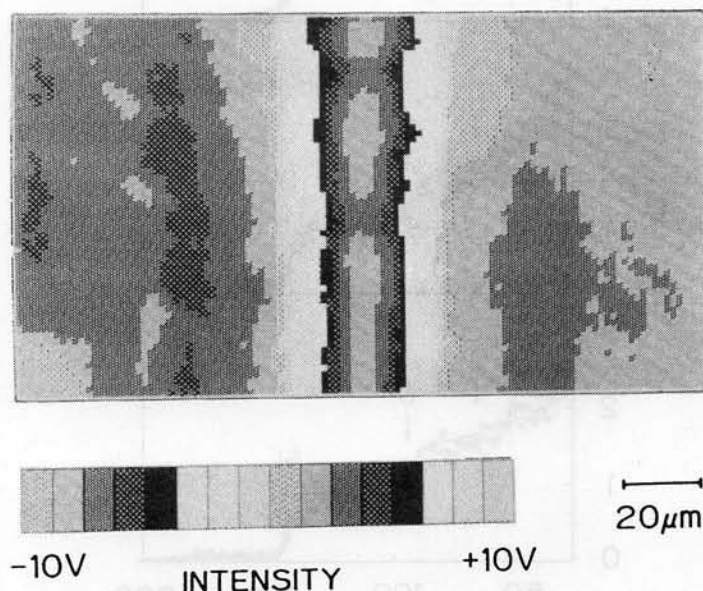


図4-19 レーザーパワー327 mWで埋め込み堆積した SiO_2 線のイオン誘起二次電子像

図4-20は SiO_2 堆積層の局所RBSスペクトルである。異なる4つのレーザーパワーで堆積した線の分析結果を比較している。堆積線の幅は $20\mu\text{m}$ 前後であるがマイクロプローブは線の中央に合わせた。実線は計算で得られた SiO_2 のスペクトルである。各測定スペクトルの100~140チャンネルの Si の信号で正規化している。

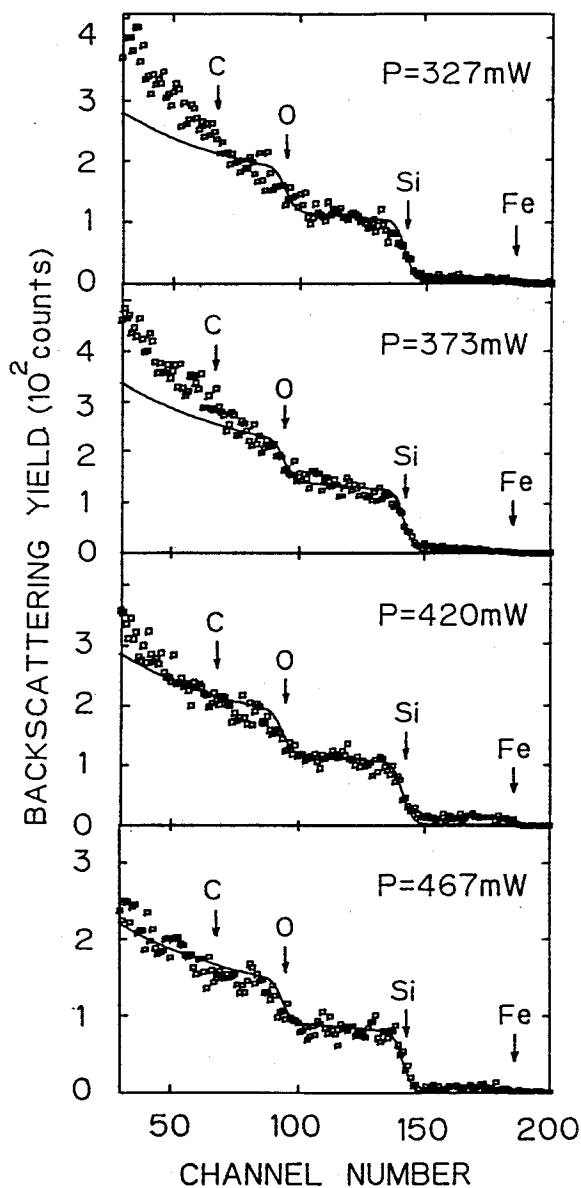


図4-20 異なるレーザーパワーで堆積した SiO_2 線の局所RBSスペクトル。実線は計算で得た SiO_2 のスペクトルを示す。

レーザーパワーが増加するにしたがって炭素 (C) の信号が減少し、一方で鉄 (Fe) の信号が増加している。レーザーパワー 327 mW の堆積線には明確な酸素 (O) のエッジが現われていないが、スペクトル全体は計算による SiO_2 のスペクトルにかなり良く一致している。レーザーパワーを上げていくと O のエッジは明瞭になってくる。低レーザーパワー領域でスペクトルのエッジが不明瞭になるのは、化学量論的組成の SiO_2 が得られていないためと、表面形状が粗くなっているためと考えられる。レーザーパワーの増加は雰囲気ガスから入る C を減らす一方で、基板から入る Fe を増加させている。4 つのレーザーパワーによる堆積線の中では、467 mW の堆積線が計算で得た SiO_2 のスペクトルに最もよく一致している。

本実験で、 He^+ の照射量を正確に測定できれば、収量を比較することにより、組成変化に関する情報を得ることが可能となる。実験では、試料電流の積分値が一定の値になるまでの間、スペクトルを測定しているため、一定のビーム電流のもとではチャージアップが大きいほど測定時間が短くなり、収量は少なくなる。図 4-20 では、高いレーザーパワーによる堆積線ほど、収量が少なくなっており、これは高いレーザーパワーによる堆積線ではチャージアップが大きかったことを示す。すなわち、より完全な SiO_2 層が形成できたことになり、スペクトルエッジの比較結果とも一致する。堆積は熱化学反応で行なっているのので、反応温度が高いほど良質の SiO_2 層が得られることが分かる。

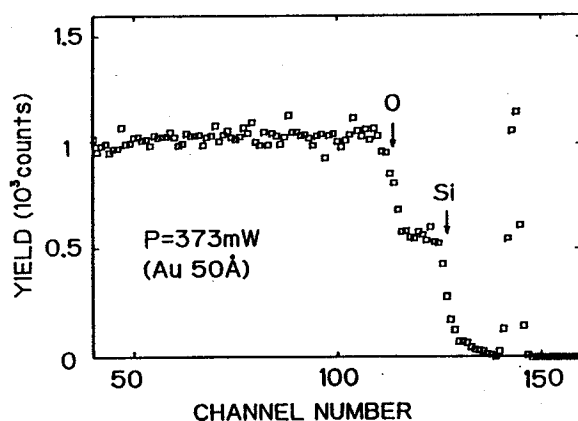


図 4-21 2 MeV H_2^+ ビームで測定した SiO_2 線の局所 RBS スペクトル。測定した SiO_2 線はレーザーパワー 373 mW で堆積している。

図4-21は2 MeV H_2^+ (1 MeV H^+ と等価) で測定した SiO_2 線の局所RBSスペクトルである。4-3で検討を行なったように、チャージアップ防止のため、表面Au薄膜を厚さ50 Å蒸着している。測定した SiO_2 線の堆積には、レーザーパワー373 mWを用いている。測定スペクトルから明らかなように、 SiO_2 が形成されていることが分かる。炭素のスペクトルが観測されないので、 He^+ ビームでの測定結果とは完全には一致していないが、図4-21のスペクトルから、チャージアップ防止用の導電性薄膜を通して、 H^+ ビームで酸素組成の変化を分析できることが分かる。

4-7 まとめ

高エネルギーイオンマイクロプローブによる非破壊三次元分析法で、マスクレス加工層の分析を行なった。

マスクレスイオン注入層の分析では、計算によれば Ga^+ および As^+ で、 10^{16} cm^{-2} 、 Au^+ で 10^{15} cm^{-2} 以上の注入量で検出が可能である。微量な元素を高エネルギーイオンマイクロプローブで分析する場合、エネルギー分散と散乱断面積を考慮すると通常型SSDよりもアニュラー型SSDの使用が望ましいと分かった。

集束イオン注入したシリコン中の金の三次元分析を行なった。100 keV Au^+ を幅1 μm 、注入量 $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ で、Siへ注入した試料内部の金のRBSマッピング像を得た。局所RBS分析により局所注入量の測定を行い30%から50%の注入量の低下を明らかにした。

マスクレス描画したCVD層の分析では、RBSスペクトルには現われない金属中に混入した酸素の組成を、金属のスペクトルの収量の低下から計算可能なことが分かった。

集束 Ar^+ レーザー照射により、GaAs基板上にマスクレス描画したモリブデン線の分析を行なった。RBSマッピング像のデータから、基板上的Moの横方向の広がりを計算できることを示した。

集束 Ar^+ レーザー照射により、GaAs基板上にマスクレス描画した酸化スズ線の分析を行い、断層観察により堆積層の断面の酸素組成の変化を非破壊で観測できることを明らかにした。さらに、分析した堆積線の端の部分で混入物

が増加することと、堆積に使用したレーザーパワーが高いほど化学量論的組成に近い SnO_2 が得られることが分かった。

集束 Ar^+ レーザー照射により、フェライト基板上にマスクレスで埋め込み堆積した酸化シリコン線の分析を行ない、局所 RBS スペクトルから、堆積に用いたレーザーパワーが高いほど混入物の炭素が減り、良質の SiO_2 が得られることが分かった。

第5章 照射損傷に関する考察

5-1 マイクロプローブ照射による表面状態の変化

高エネルギーイオンマイクロプローブによる非破壊三次元分析では、十分な信号強度を得るために、試料に多量のビーム照射を行なう必要がある。分析領域の大きさ、分析手段（RBSマッピング、RBS断層観察、局所RBS）の種類にもよるが $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ 以上の照射を行なう場合がある。このような高い照射量では、試料に与える影響を無視することができない。非集束ビームによるRBS分析では、照射量は $10^{14} \sim 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 程度であり、半導体試料の電気特性に影響を与える程度であるが、集束ビームによるRBS分析では高い照射量のため試料の形状そのものに影響を与える。この効果を考慮しないと、非破壊で分析を行なうことができなくなる。

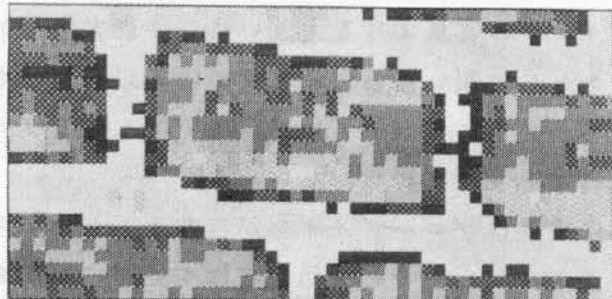
図5-1は、モリブデンシリサイド (MoSi_x) 電極に、局所RBS分析のため多量の He^+ ビームを照射した時、試料に起きた変化を示すイオン誘起二次電子像である。 MoSi_x 電極は厚さ $5000 \text{ \AA}$ で組成比 x は3から4程度の値をとる。基板は Si で、電極の上側には厚さ $4000 \text{ \AA}$ の SiO_2 層があり、下側にも厚さ $5000 \text{ \AA}$ の SiO_2 層がある。 MoSi_x 電極の形状は $6 \times 15 \mu\text{m}^2$ の方形で $10 \mu\text{m}$ 間隔で配置されている。1つの電極について2つのコンタクトホールが存在し、この部分では下側の Si と MoSi_x が接触している。図5-1 (a) は照射前にとった二次電子像で、(b) は照射後にとった二次電子像である。マイクロプローブは 1.5 MeV He^+ でビーム径 $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ である。マイクロプローブの照射は、電極パターンの中に2つあるコンタクトホールの片方に対して行なった。照射量は $3 \times 10^{18} \text{ He}^+ / \text{cm}^2$ である。

図5-1 (a) と (b) を比較すると、マイクロプローブ照射によって照射部分の電極形状が二次電子像から消失していることがわかる。また右側の隣接する電極も影響を受けている。 1.5 MeV He^+ による試料のスパッタリングは無視できる程度であるので、試料がエッチングされたのではなく、注入された He^+ の量が無視できない程度に増えたため、照射部分の体積が増加し、そのために試料表面が膨張したものと考えられる。二次電子像では MoSi_x 電

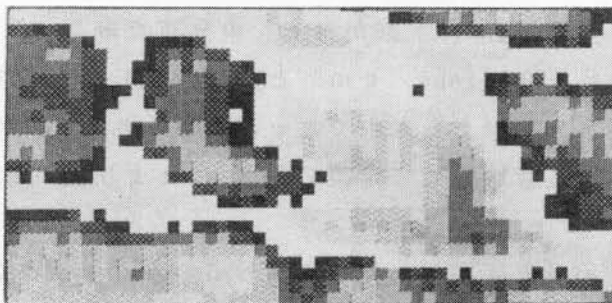
極自体を観測しているのではなく、表面の SiO_2 層に現われる電極層の起伏を観測しているため、試料表面が膨張したことによって電極層の形状が見えなくなったと考えられる。試料の膨張は照射部分のみならず、その周辺部分にまで影響を与えている。図5-1から $1.0 \times 10^{18} \text{He}^+/\text{cm}^2$ 程度の非常に高いマイクロプローブ照射をすると、試料の形状そのものを変えることが分かる。

試料に与える影響は体積膨張によるものが主であると考えられるが、温度上昇や欠陥の生成に関しても考察が必要である。温度上昇については熱伝導方程式を解いて試算をしてみると、多くても数度程度の温度上昇しかなく、問題はないと考えられる²⁰⁾。ただし、サーマルスパイクの発生により極微領域での温度上昇の可能性もあるので³³⁾、さらに検討が必要である。

(a) BEFORE IRRADIATION



(b) AFTER IRRADIATION ($3 \times 10^{18} \text{He}/\text{cm}^2$)



10 μm

図5-1 高ドーズのマイクロプローブ照射による二次電子像の変化。試料は SiO_2 の保護層を持つ MoSi_x 電極層。

5-2 高照射量 RBS 分析

本研究で用いた非破壊三次元分析法では、高い照射量で試料の RBS 測定を行なう。その際に、照射したプローブビームが試料に大量に注入されて、試料の構成元素に比較して無視できない量になり、RBS スペクトルに影響を与える可能性がある。また、注入したプローブイオンによる体積膨張が起こり、試料に形状変化を起こし RBS スペクトルに影響を与える可能性がある。試料の膨張による膜厚の変化や、破裂による測定部位の消失についても検討が必要である。

まず、照射したプローブイオン自身が RBS スペクトルに与える影響を検討する。RBS 法では、プローブイオンと試料の構成元素との非弾性散乱により、プローブイオンが後方へ散乱されて信号として検出される。試料の構成元素の質量が、プローブイオンの質量よりも大きい時だけ後方散乱が起きるため、He をプローブイオンとして用いた場合、He の質量以下の H や He 自身は検出できない。このため、大量にプローブビームを照射してもプローブイオン自身の信号は RBS スペクトルには現われない。

しかし、試料中に大量にプローブイオンが存在すると試料の阻止能に変化を与え、RBS スペクトルから得られる元素の深さ分布に誤差を生じる可能性がある。RBS 法で分析を行なう深さに存在するプローブイオンの量について検討を行なった。図 5-2 は、プローブイオンの注入分布と、RBS 法での測定可能深さの関係を示す。1.5 MeV で Si に対して照射を行なった場合について計算しており、上図が H^+ 、下図が He^+ の分布である。注入飛程はガウス分布とし、照射量 $1 \times 10^{18} \text{ ions/cm}^2$ として計算したものである^{34,35)}。測定可能深さは、RBS スペクトル中でエッジの現われるエネルギーの $1/4$ のエネルギーに対応する深さとして定義し³¹⁾、これより浅い部分が分析の対象となると考える。

図 5-2 から、測定可能深さに比較してプローブイオンの分布は、はるかに深いところにあることが分かる。注入飛程と測定可能深さの比は、 H^+ で 3 倍、 He^+ で 4.5 倍あり、測定可能深さの範囲内ではプローブイオンの存在は無視できる。このことからプローブイオンが阻止能に与える影響は無視してよいことが分かる。

図 5-2 は、プローブイオンの深さ分布とともに、Si 中での密度も示して

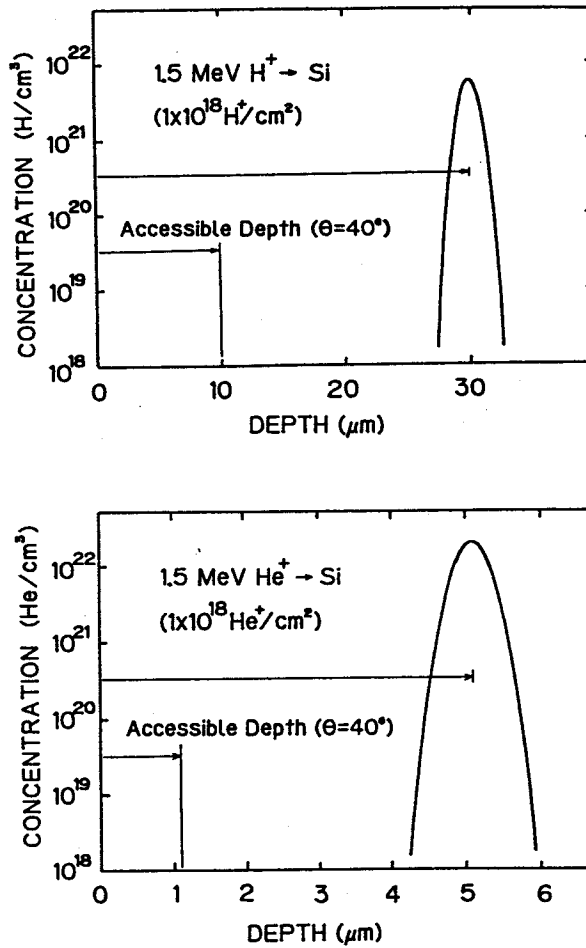


図5-2 1. 5 MeV H^+ 、 He^+ の注入飛程とRBSの測定可能深さの関係

いる。 $1 \times 10^{18} \text{ ions}/\text{cm}^2$ の照射をすると、ピーク密度は H^+ で $6.0 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ 、 He^+ で $2.0 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ であり、 Si の密度が $5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ であることを考えると、試料の構成元素に近い量に達していることが分かる。プローブイオンの密度が高くなると、試料元素の格子間に収容しきれなくなり気泡を形成する²²⁾。気泡の形成が始まるしきい値照射量は、試料中でのプローブイオンの固溶度と移動度に依存する。気泡が形成されると試料に応力を与えるが、気泡の成長が進むと、やがて応力を抑えられなくなり試料の破壊が起こる。これがブリスタリングと呼ばれる現象である。

H^+ と He^+ を比較すると、注入飛程と分散の関係から He^+ の方が少ない照射量で高い密度に達する。また、金属の場合には He^+ の固溶度が H^+ に比べて小さいため、 He^+ では少ない照射量で気泡の生成が報告されている²²⁾。従って、高い照射量を必要とする三次元分析では H^+ の方が有利である。ここでは、試料形状に影響が出始めるしきい値照射量を、注入されたプローブイオンの最大密度が試料元素の密度に等しくなる量と仮定する。しきい値の定義をこのように決めて、 Si 、 Ge 、 Au の3種類の元素に対して計算を行なった結果を表5-1に示す。 H^+ と He^+ を比較すると、明らかに He^+ の方が低い照射量でしきい値に達する。

しきい値照射量を決めると、測定可能な分析領域の最小サイズが決まる。一定のカウント数を得るためには、分析領域が小さいほど単位面積あたりの照射量が大きくなるためである。分析領域の大きさの関数として、一定の収量を得るためのプローブビームの照射量を計算した結果が図5-3~5である。局所RBS法、RBSマッピング法、RBS断層観察法の3つに関して、 H^+ と He^+ それぞれについて計算した。対象とした試料は、 Si 、 Ge 、 Au である。分析に必要な収量として、局所RBS法は1000カウント、RBSマッピング法とRBS断層観察法は50カウントとした。この値は、本論文の実験の中で経験的に得られたものである。計算に使用した測定系の仕様は本論文で使ったものに従った。

分析する元素の質量が大きいほど散乱断面積が大きいので、少ない照射量で高い収量を得ることができる。また、表5-1に示すように重い元素ほどしきい値照射量が高いので、重い元素になるほど試料に与える損傷を少なくすることができる。このことは、本研究で開発した非破壊三次元分析法が、金属配線層の分析に適していることを示している。

図5-3は局所RBS分析法で必要なマイクロプローブ照射量を示している。照射量はビームスポットの面積に反比例するので、ビーム径に対しては、その二乗に反比例する。図5-3で最も条件が厳しいのは、 He^+ で Si を分析する場合である。このとき、分析に使用可能なマイクロプローブのビーム径は最小約 $5\mu m$ とわかる。また Ge と Au に対しては、それぞれ最小ビーム径は $2\mu m$ と $0.8\mu m$ に制限される。光学的な最小ビーム径は $1.5MeV He^+$ では $0.9\mu m$ であったので(2章参照)、 Si と Ge に対しては、光学的最小ビーム径より照射損傷が、分析に使用できる最小ビーム径を制限する。

表 5 - 1 プローブイオンの密度が試料元素の密度に等しくなる照射量

	1. 5 MeV H^+	1. 5 MeV He^+
Si	8.4×10^{18}	2.5×10^{18}
Ge	9.9×10^{18}	3.1×10^{18}
Au	1.3×10^{19}	4.6×10^{18}

単位: ions / cm^{-2}

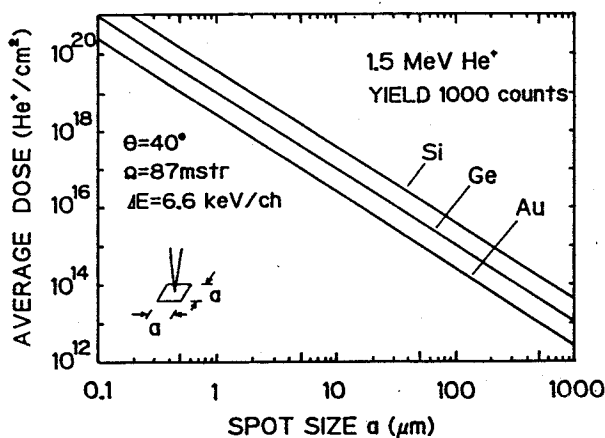
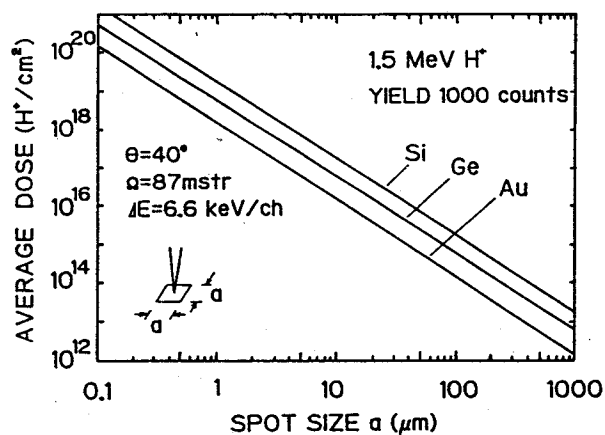


図 5 - 3 局所 RBS 分析で 1000 カウントの収量を得るのに必要なマイクロプローブの照射量のビーム径依存性

この条件を改善するためには、より少ないカウント数で測定を打ち切るか、検出器の立体角を大きくするなどの測定系の改良が必要である。一方、図5-3で条件の最も緩やかなのは、 H^+ でAuを分析する場合である。このとき、最小ビーム径は約 $0.4\ \mu m$ である。これについては、本研究で得られたビームラインの最小ビーム径（ $1.5\ MeV\ H^+$ に対して $1.2 \times 1.4\ \mu m^2$ ）でも、しきい値を越えないで分析できる。このことから、ビームライン自体では最小 $1\ \mu m$ 程度のビーム径が実現できるが、RBS分析を行なう場合には、照射損傷を考慮してビーム径とカウント数を選択する必要があることが分かる。

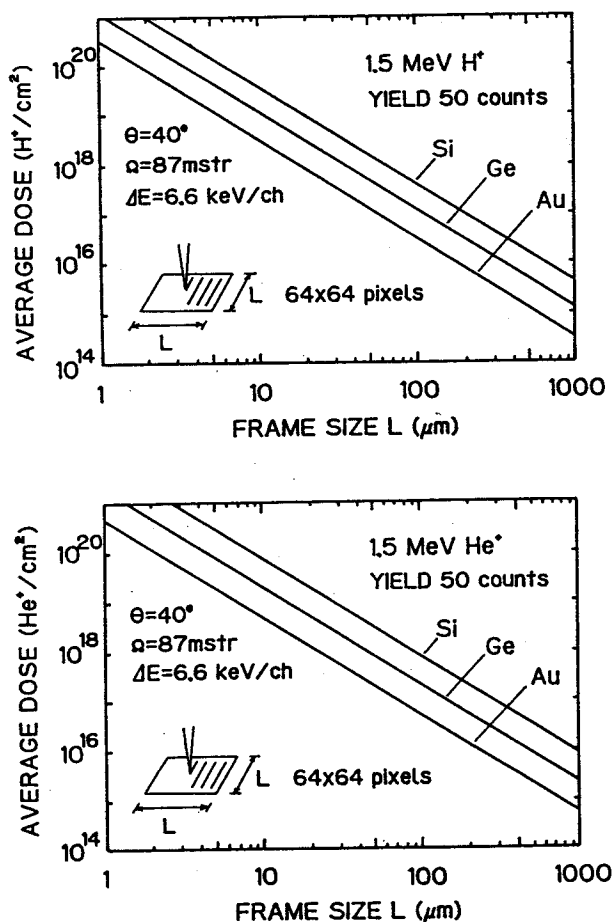


図5-4 RBSマッピング法で1ピクセルあたり50カウントの収量を得るのに必要なマイクロプローブの照射量の、分析領域の大きさ依存性

図5-4のRBSマッピング法の場合も同じような検討が必要である。最も条件の悪い He^+ でSiを分析する場合、分析領域幅は最小約 $7\mu\text{m}$ に制限される。最も条件の良い H^+ でAuの分析をする場合は、最小の分析領域幅は約 $0.6\mu\text{m}$ である。RBSマッピングでは、最小スポット径が $1\mu\text{m}$ であることを考えると、分析領域幅を $10\mu\text{m}$ 以下にすることは意味がない。従って、本研究で使用した測定系の範囲内では、どの組合せでもしきい値照射量以下で分析ができると考えてよい。

図5-5は、RBS断層観察法に対するしきい値照射量の計算結果である。この場合には、照射量は走査幅に比例し、走査幅を小さくしてもRBSマッピ

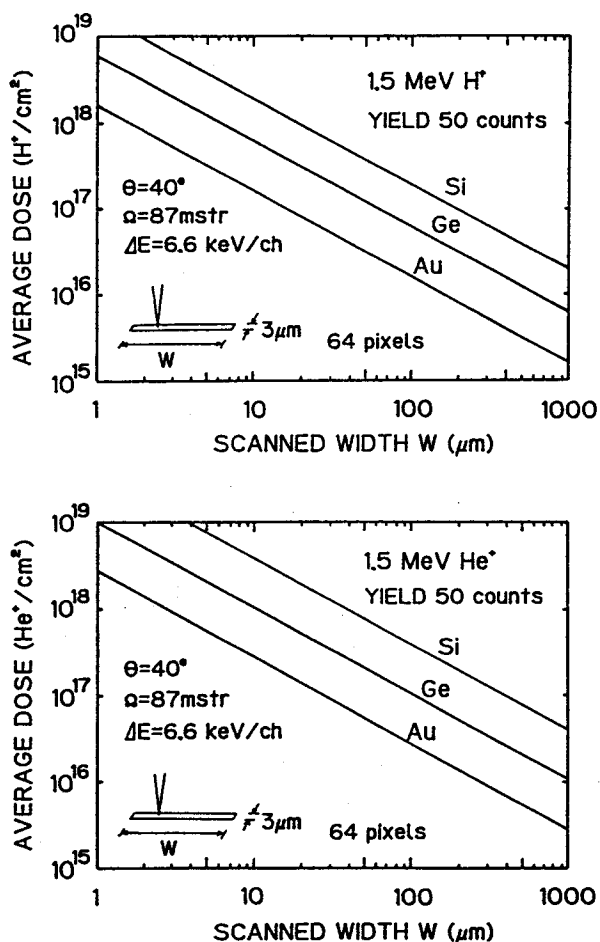


図5-5 RBS断層観察法で1ピクセルあたり50カウントの収量を得るのに必要なマイクロプローブの照射量の分析幅依存性

ングの場合ほど急峻に照射量は増加しない。 He^+ で Si を分析する場合には、走査幅は最小約 $20 \mu\text{m}$ に制限される。 H^+ で Au を分析する場合には、最小走査幅は約 $1 \mu\text{m}$ である。スポット径を $3 \mu\text{m}$ として計算しているので、走査幅を $20 \mu\text{m}$ 以下にしても意味はない。従って、実際にはどの組合せでも制限はないと考えてよい。ただし、スポット径をより小さくする場合には検討が必要である。

ここまでの検討は、試料の形状的な破壊を避けるためのしきい値照射量に関するものである。一方、本研究で開発した非破壊三次元分析法をさらに発展させ、ビームを試料の結晶軸方向に照射すると（チャネリングさせると）、結晶欠陥の三次元分析を行なうことができ、この場合には結晶性を破壊しないためのしきい値照射量を考慮しなければならない。McCallum らは結晶欠陥の分布像を得ているが^{25,26)}、この時、試料の $x_{\min}$ を変化させない程度の照射量として $5 \times 10^{16} \text{He}^+ / \text{cm}^2$ の値を選んでいる。これをしきい値として考えると、分析できる最小領域が制限される。図 5-3~5 の Si の結果に当てはめると、局所 RBS 法では最小スポット径約 $30 \mu\text{m}$ 、RBS マッピング法では分析領域幅約 $600 \mu\text{m}$ 、RBS 断層観察法では約 $1000 \mu\text{m}$ である。従って、チャネリングにより微小領域の結晶性分析を行なうには、ある程度の $x_{\min}$ の低下を見込んで測定をする必要がある。すなわち、非集束ビームで得られた測定結果とは異なった結果になる可能性がある。

5-3 まとめ

マイクロプローブの照射量 $3 \times 10^{18} \text{He}^+ / \text{cm}^2$ で局所 RBS 分析を行なった結果、モリブデンシリサイドゲートに形状変化を生ずることが、二次電子像から観測された。このことから、高い照射量でのマイクロプローブ分析は、形状が変化するほどの影響を試料に与えることが分かる。

1. 5MeV H^+ または He^+ でシリコンを分析する場合、プローブイオンの注入飛程は RBS の測定可能深さのそれぞれ 3 倍と 4.5 倍深いところにある。このことから、高照射量 RBS 分析でも、試料中に入ったプローブイオンはスペクトル自体には影響を与えないことが分かる。

光学系の最小ビーム径とは別に、試料の照射損傷を避けるためのビーム径の

最小限界が存在する。試料元素とプローブイオンの密度が等しくなる照射量をしきい値と仮定する。1. 5 MeV で局所 RBS を行い、1000 カウントの収量を必要とする場合、 H^+ では最小ビーム径でもしきい値照射量を越えないが、 He^+ では Ge、Si の時、最小ビーム径でしきい値を越える照射を行なうことになる。従って、ビームラインの光学的な最小ビーム径よりも、照射損傷がビーム径を制限する要因となる。一方、RBS マッピング法と RBS 断層観察法の場合には、局所 RBS 分析に比較して照射量が少なく、しきい値照射量を特に考慮しなくても測定が可能であると分かった。

第6章 結論

1 ~ 2 MeV のエネルギーを持つ H^+ 、 He^+ ビームを集束し、後方散乱 (RBS) 法と組み合わせて、半導体集積回路のための微小な多層構造の非破壊三次元分析法を実現した。本研究で得られた結論を以下に総括する。

(1) 磁気四重極子のフリンジ磁場を考慮したイオン軌道追跡法により、本研究で使用した磁気四重極ダブレット型レンズの収差のビーム径への影響を計算した結果、色収差、回転合わせ誤差、励磁電流変動の順に影響が大きいことが明らかになった。球面収差の影響に関しては、他の収差の影響に比べて十分小さく問題がないことが分かった。

(2) 高エネルギーイオンビームの最適かつ高速な集束を行なうために、コンピュータ支援ナイフエッジ法を考案した。この方法によって、レジスト露光法では10分を要したビーム径の測定が最小0.3秒で行えるようになり、3桁の測定時間の短縮を実現した。

(3) 0.5%の四重極子の励磁電流変動が80%のビーム径の増加をまねくことを観測し、少なくとも0.1%以下の励磁電流の設定精度が必要なことを明らかにした。励磁電流の精度を0.04%にまで改善し、ビーム径の最適化を行なった結果、

$$1.5 \text{ MeV } H^+ \quad 1.4 \times 1.2 \mu m^2$$

$$1.5 \text{ MeV } He^+ \quad 1.2 \times 0.9 \mu m^2$$

の最小ビーム径を得た。

(4) 集束した高エネルギーイオンビームでRBS分析を行い、非破壊で試料内部の元素分布を検出する方法を開発した。この方法で多層配線構造を模した二酸化シリコン中の4層構造の金グレーティングの非破壊分析を行い、RBSマッピング法では4つの層の金の分布が検出でき、RBS断層観察法では断層面に現われる4つの層の金の形状が検出できることを明らかにした。

(5) SOI構造を持つ二酸化シリコン中のGe島パターンの三次元分析を行ない、帯熔融中の過昇温状態により生ずるGeの凝集現象を非破壊で観測できた。凝集によりGe膜厚が約2～3倍に膨張し、過昇温状態への遷移が40 μ m以内の範囲で起きることが分かった。

(6) シリコンへの180 keV Ni⁺の局所注入層を三次元分析して、マスクが注入分布に与える影響を明らかにした。注入イオンの散乱により、マスク領域に正常注入量の9.2%のニッケルを検出し、散乱の広がり16～25 μ mであることが分かった。

(7) シリコンへ集束イオンビーム注入した100 keV Au⁺の三次元分析を行ない、注入線幅1 μ m、照射量 1×10^{16} Au⁺/cm²の注入層の分布と局所注入量が測定できることを明らかにした。

(8) 集束レーザー照射でGaAs上にマスクレス描画した酸化スズ層の三次元分析を行い、堆積線の断面の酸素組成の変化を非破壊で観測できることを示した。また、レーザーパワーが高いほど化学量論的組成に近いSnO₂が得られることを明らかにした。

(9) 集束レーザー照射でフェライト基板に埋め込み堆積した酸化シリコン層の局所RBS分析を行い、レーザーパワーが高いほど混入物の炭素が減り、良質のSiO₂が得られることを明らかにした。

(10) 光学系の最小ビーム径とは別に、試料の照射損傷を避けるためのビーム径の最小限界が存在することを明らかにした。1.5 MeV He⁺による局所RBS分析では、光学系の最小ビーム径を用いると試料を破壊する場合があることが分かった。

謝 辞

本研究の遂行にあたり常に暖かい御配慮と御指導をいただいた大阪大学基礎工学部難波進教授に深く感謝いたします。

また研究の直接の御指導をいただきました高井幹夫助教授に心から感謝の意を表します。

本研究は大阪工業技術試験所材料物理部イオン工学研究室との共同研究として行なわれました。有益な御指導と物心両面のご支援をいただきました、佐藤守室長ならびに藤井兼栄主任研究官、木内正人研究員、茶谷原昭義研究員、堀野裕治研究員に心から感謝します。

本研究を進めるにあたり御指導いただいた大阪大学基礎工学部、末田正教授、浜川圭弘教授、蒲生健次教授、山本錠彦教授、小林猛教授に深く感謝致します。

さらに様々な面で御指導いただいた大阪大学基礎工学部、西野種夫助教授（現神戸大学教授）、小林哲朗助教授、井筒雅之助教授、奥山雅則助教授、岡村康行助教授、高倉秀行助教授および大阪大学極限物質研究センター、有留宏明助教授、他諸先生方に感謝の意を表しますとともに、各研究室の方々に感謝致します。

集束イオンビーム注入に関する共同研究を行なった理化学研究所、塩川高雄研究員と同研究所半導体研究室の方々に心から感謝致します。

金属シリサイドに関する共同研究を行い、種々の御指導と御援助をいただいた大阪大学極限物質研究センター、岡林秀和客員教授（日本電気）および日本電気の方々に心から感謝致します。

大阪大学原子核実験施設でのヴァンデグラフ加速器による後方散乱測定で多くの御指導と御援助をいただいた大阪大学理学部、南園忠則教授、野尻洋一助教授に感謝致します。また高橋豊技官と南園研究室の方々に感謝の意を表します。

大阪工業技術試験所設置のヴァンデグラフ加速器の調整と保守に関して、日新ハイボルテージの岩本氏、南条氏、稲田氏、ほか技術部門の方々に多大な御援助をいただきました。この場を借りて深く感謝致します。

三次元分析画像のカラー写真作成にあたり多大の御協力をいただきました、フォーカスの永倉さんをはじめとするスタッフの方々に心から感謝致します。

本研究の過程で有益な御助言をいただいた大阪大学基礎工学部難波研究室の

弓場愛彦助手に感謝の意を表します。実験遂行にあたり、種々の御助言、御援助をいただいた難波研究室の河崎清技官、美濃邦夫技官に感謝致します。

研究の遂行にあたり大阪大学難波研究室の学生、研究生の方々には数々の御援助をいただきました。ビームラインと測定系の調整に関して、井上健一氏（神戸製鋼所）、松永晃司氏、泉雅裕氏、松尾隆弘氏、氏家諭氏、阿川義昭氏（日本真空技術）、石橋清隆氏（神戸製鋼所）に心から感謝致します。SOI試料に関して、小林健三氏、山本敏雅氏、上山直樹氏（グローリー工業）に心から感謝致します。ニッケルシリサイド試料に関して、青木俊行氏に心から感謝致します。レーザーCVD試料に関して、徳田潤博士、陸永楓氏、橋詰靖之氏、井上浩二氏、田中春樹氏に心から感謝します。その他、石橋幸治博士、金子秀彦氏、長友正平氏、高垣雪彦氏、徐征氏、李天氏、高永範氏、平木英治氏、平井康一氏、佐山弘和氏をはじめとする難波研究室の皆様に深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) J. A. Cookson: Nucl. Instrum & Methods 165 (1979) 477.
- 2) R. Nobiling, Y. Civelekoglu, B. Povh, D. Schwalm and K. Traxel:
Nucl. Instrum. & Methods 130 (1975) 325.
- 3) F. Watt and G. W. Grime (eds.): Principles and Applications of High
Energy Ion Microbeams (Adam Higer, Bristol, 1987).
- 4) H. Kneis, B. Martin, R. Nobiling, B. Povh and K. Traxel: Nucl.
Instrum. & Methods 197 (1982) 79.
- 5) J. A. Cookson, A. T. G. Ferguson and F. D. Pilling: J. Radioanal.
Chem. 12 (1972) 39.
- 6) F. Watt, G. W. Grime, G. D. Blower and J. Takacs: IEEE Trans. Nucl.
Sci. NS-28 (1981) 1413.
- 7) G. J. F. Legge, D. N. Jamieson, P. M. J. O'Brien and A. P.
Mazzolini: Nucl. Instrum. & Methods 197 (1982) 85.
- 8) A. Septier: Focusing of Charged Particles II ed. A. Septier
(Academic Press, New York, 1967).
- 9) G. W. Grime and F. Watt (eds.): Beam Optics of Quadrupole Probe-
Forming Systems (Adam Hilger, Bristol, 1983).
- 10) G. W. Grime, F. Watt, G. D. Blower, J. Takacs and D. N. Jamieson:
Nucl. Instrum. & Methods 197 (1982) 97.
- 11) D. E. Lobb: Nucl. Instrum. & Methods 105 (1972) 129.
- 12) H. A. Enge: Focusing of Charged Particles Vol. 2 Ch. 4, A.
Septier ed. (Academic Press, New York, 1967).
- 13) F. W. Martin and R. Goloskie: Appl. Phys. Lett. 40 (1982) 191.
- 14) F. W. Martin and R. Goloskie: Nucl. Instrum. & Methods B22 (1987)
121.
- 15) M. Takai, K. Matsunaga, K. Inoue, M. Izumi, K. Gamo, M. Satou and
S. Namba: Jpn. J. Appl. Phys. 26 (1987) L550.
- 16) K. Inoue, M. Takai, M. Izumi, K. Gamo, S. Namba and M. Satou:
Nucl. Instrum. & Methods. B30 (1988) 580.
- 17) K. Inoue, M. Takai, K. Ishibashi, Y. Kawata and S. Namba: Jpn. J.

- Appl. Phys. 28 (1989) L1307.
- 18) D. N. Jamieson and G. J. F. Legge: Nucl. Instrum. & Methods B29 (1987) 544.
 - 19) J. Scherer, K.-U. Braun-Dullaues and K. Traxel: Nucl. Instrum. & Methods B30 (1988) 265.
 - 20) J. A. Cookson: Nucl. Instrum. & Methods B30 (1988) 324.
 - 21) C. P. Hobbs, J. W. McMillan and D. W. Palmer: Nucl. Instrum. & Methods B30 (1989) 342.
 - 22) J. Roth: Inst. Phys. Conf. Ser. 28 (1976) 280.
 - 23) G. J. F. Legge, C. D. McKenzie and A. P. Mazzolini: J. Microsc. 117 (1979) 185.
 - 24) G. J. F. Legge, C. D. McKenzie, A. P. Mazzolini, R. M. Sealock, D. N. Jamieson, P. M. O'Brien, J. C. McCallum, G. L. Allan, R. A. Grown, R. A. Colman, B. J. Kirby, M. A. Lucas, J. Zhu and J. Cerini: Nucl. Instrum. & Methods B15 (1986) 669.
 - 25) J. C. McCallum, C. D. McKenzie, M. A. Lucas, K. G. rossiter, K. T. Short and J. S. Williams: Appl. Phys. Lett. 42 (1983) 827.
 - 26) J. C. Williams, R. A. Brown, E. Nygren, J. S. Williams and G. L. Olson: Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 69 (1986) 305.
 - 27) H. Koyama-Ito and L. Grodzins: Nucl. Instrum. & Methods 174 (1980) 331.
 - 28) H. W. Lefevre, R. C. Connolly, G. Sieger and J. C. Overley: Nucl. Instrum. & Methods 218 (1983) 39.
 - 29) L. C. Feldman and J. W. Mayer (eds.): Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis (Elsevier, New York, 1986).
 - 30) L. C. Feldman and S. T. Picraux: Ion Beam Handbook for Material Analysis, ed. J. W. Mayer and E. Rimini (Academic, New York 1977).
 - 31) W. K. Chu, J. W. Mayer and M. A. Nicolet (eds.): Backscattering Spectrometry (Academic Press, New York, 1978) p. 334.
 - 32) L. R. Doolittle: Nucl. Instrum. & Methods B9 (1985) 344.
 - 33) G. Dearnaley, J. H. Freeman, R. S. Nelson and J. Stephen (eds.): Ion Implantation (North Holland, Amsterdam, 1973).

- 34) H. H. Andersen and J. F. Ziegler: Hydrogen Stopping Powers and Ranges in All Elements (Pergamon Press, New York, 1977).
- 35) J. F. Ziegler: Helium Stopping Powers and Ranges in All Elements (Pergamon Press, New York, 1977).
- 36) U. Littmark and J. F. Ziegler: Range Distributions for Energetic Ions in All Elements (Pergamon Press, New York, 1980).
- 37) J. L'Ecuyer, C. Brassard, C. Cardinal, J. Chabbal, L. Deschenes, J. P. Labrie, B. Terreault, J. G. Martel and R. St-Jacques: J. Appl. Phys. 47 (1976) 381.
- 38) R. M. Sealock, D. N. Jamieson and G. J. F. Legge: Nucl. Instrum. & Methods B29 (1987) 557.
- 39) S. H. Sie and C. G. Ryan: Nucl. Instrum. & Methods B15 (1986) 664.
- 40) A. Savitzky and M. J. E. Golay: Anal. Chem. 36 (1964) 550.
- 41) A. H. Van Ommen: Nucl. Instrum. & Methods B39 (1989) 194.
- 42) T. Aoki, K. Gamo, S. Namba, T. Shiokawa, K. Toyoda, H. Okabayashi, H. Mori and H. Fujita: Nucl. Instrum. & Methods B39 (1989) 291.
- 43) P. L. F. Hemment, K. J. Reeson, A. K. Robinson, J. A. Kilner, R. J. Charter, C. D. Marsh, K. N. Christensen and J. R. Davis: Nucl. Instrum. & Methods B37/38 (1989) 766.
- 44) A. E. White, K. T. Short, R. C. Dynes, J. M. Gibson and R. Hull: Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 107 (1988) 3.
- 45) M. Takai, T. Tanigawa, K. Gamo and S. Namba: Jpn. J. Appl. Phys. 22 (1983) L624.
- 46) B. L. Doyle: Nucl. Instrum. & Methods B15 (1986) 654.
- 47) D. Heck: Nucl. Instrum. & Methods B30 (1988) 486.
- 48) D. N. Jamieson, G. W. Grime, F. Watt and D. A. Williams: Proc. 6th Oxford Conf. on Microscopy of Semiconducting Materials, Oxford, April 1989.
- 49) M. Takai, T. Matsuo, S. Namba, K. Inoue, K. Ishibashi and Y. Kawata: Nucl. Instrum. & Methods B37/38 (1989) 260.
- 50) T. Shiokawa, P. H. Kim, K. Toyoda, S. Namba, K. Gamo, R. Aihara and N. Anazawa: Jpn. J. Appl. Phys. 24 (1985) L566.

- 51) K. Gamo, T. Ukegawa, Y. Inomoto, Ki Kan Ka and S. Namba: Jpn. J. Appl. Phys. 19 (1980) L595.
- 52) J. Tokuda, M. Takai, K. Gamo and S. Namba: Mat. Res. Soc. Symp. 101 (1988) 261.
- 53) Y. F. Lu, M. Takai, A. Kinomura, H. Sanda and S. Namba: submitted to Lasers in Materials Engineering.
- 54) M. Takai, H. Inoue, Y. Hashizume and S. Namba (in preparation).
- 55) D. J. Ehrlich and J. Y. Tsao: J. Vac. Sci. Technol. B1 (1983) 969.
- 56) A. Ito and H. Koyama-Ito: Nucl. Instrum. & Methods B3 (1984) 584.
- 57) C. Muhlbauer, B. E. Fischer: GSI Scientific Report 1988.
- 58) A. E. Pontau, A. J. Antolak, D. H. Morse, A. A. Ver Berkmoes, J. M. Brase, D. W. Heikkiinen, H. E. Martz and I. D. Proctor: Nucl. Instrum. & Methods B40/41 (1989) 646.
- 59) Y. Agawa, M. Takai, K. Ishibashi, K. Hirai and S. Namba: to be published in Nucl. Instrum. & Methods.

研究業績目録

[A] 発表論文

1. M. Takai, A. Kinomura, J. Tokuda, H. Nakai, K. Gamo and S. Namba:
"Laser-Induced Photo- and Thermochemical Dry Etching of Gallium Arsenide".
Laser Processing and Diagnostic (II), ed. by D. Bauerle, K. L. Kompa and L. Laude (Les Editions de Phys., Cedex, 1986) pp. 169-172.
2. A. Kinomura, K. Matsunaga, K. Inoue, M. Izumi, M. Takai, K. Gamo, S. Namba, M. Kiuchi and M. Satou:
"Micro RBS Analysis by Focused 1.5 MeV Ion Beam",
extended abstracts of the 19th Conf. on Solid State Devices and Materials, Tokyo, 1987, pp. 467 - 470
3. A. Kinomura, M. Takai, K. Inoue, K. Matsunaga, M. Izumi, T. Matsuo, K. Gamo, S. Namba and M. Satou:
"Microprobe Using Focused 1.5 MeV Helium Ion and Proton Beams",
Nucl. Instrum. & Methods, B33 (1988) 862-866.
4. M. Takai, A. Kinomura, K. Inoue, K. Matsunaga, M. Izumi, K. Gamo, S. Namba and M. Satou:
"Focused MeV Beam Line for Microanalysis at Osaka",
Nucl. Instrum. & Methods, B30 (1988) 260-264.
5. A. Kinomura, M. Takai, T. Matsuo, M. Kiuchi, K. Fujii, M. Satou and S. Namba:
"Optimization in Spot Sizes of Focused MeV Ion Beam by Precise Adjustment of Lens-Current Excitation",
Jpn. J. Appl. Phys., 27 (1988) L1346-L1348.
6. M. Takai, A. Kinomura, M. Izumi, K. Matsunaga, K. Inoue, K. Gamo, M. Satou and S. Namba:
"Multilayer Analysis by Focused MeV Ion Beam",
Electronic Packaging Materials Science III, ed. by R. Jaccodine, K. A. Jackson and R. C. Sundahl (Materials Research Society,

- Pittsburgh, 1988) pp. 51-56.
7. M. Takai, M. Izumi, T. Yamamoto, A. Kinomura, K. Gamo, T. Minamisono and S. Namba:
"Diffusion of Atoms Implanted in Poly Silicon Layer on Insulator",
Polysilicon Films and Interfaces, ed. by C. Y. Wong, C. V. Thompson and K. N. Tu (Materials Research Society, Pittsburgh, 1988) pp. 341-346.
 8. A. Kinomura, M. Takai, T. Matsuo, S. Ujiie, S. Namba, M. Satou, M. Kiuchi, K. Fujii and T. Shiokawa:
"RBS Analysis of Beam-Processed Microarea by Focused MeV Ion Beam",
Nucl. Instrum. & Methods, B39 (1989) 40-42.
 9. M. Takai, A. Kinomura, T. Matsuo, S. Namba, M. Satou, M. Kiuchi and K. Fujii:
"Influence of Excitation Current Deviation of a Quadrupole Magnet on Beam Spot Size for MeV Microbeams",
Nucl. Instrum. & Methods, B37/38 (1989) 244-247.
 10. A. Kinomura, M. Takai, T. Matsuo, M. Satou, M. Kiuchi, K. Fujii and S. Namba:
"Micro-RBS Analysis of Masklessly Fabricated Structures",
Processing and Characterization of Materials Using Ion Beams, ed. by L. E. Rehn, J. Greene and F. A. Smidt (Materials Research Society, Pittsburgh, 1989) pp. 743-748.
 11. A. Kinomura, M. Takai, T. Matsuo, M. Satou, A. Chayahara and S. Namba:
"Tomography of Microstructures by Scanning Micro-RBS Probe",
Jpn. J. Appl. Phys. 28 (1989) L1286.
 12. A. Kinomura, M. Takai, S. Namba, M. Satou and A. Chayahara:
"Characterization of Masklessly Deposited Metal Lines by Micro-RBS Probe",
Nucl. Instrum. & Methods, accepted for publication.
 13. A. Kinomura, M. Takai, S. Namba, M. Satou and A. Chayahara:

- "RBS Tomography of SOI Structures Using MeV Ion Microprobe",
Nucl. Instrum. & Methods, accepted for publication.
14. M. Takai, T. Matsuo, A. Kinomura, S. Namba, K. Inoue, Y. Kawata,
and K. Ishibashi:
"Microbeam Line for Medium Energy Ion Beams",
Nucl. Instrum. & Methods, accepted for publication.
15. A. Kinomura, M. Takai, S. Namba, M. Satou and A. Chayahara:
"Inspecton of Inner Layer Structures by Micro-RBS Tomography",
proceedings of International Meeting on Advanced Processing
and Characterization Technologies, Oct. 4-6, 1989, Tokyo, Japan.
16. A. Kinomura, M. Takai and S. Namba:
"Quick Focus Adjustment for Quadrupole Lens System to Form High
Energy Ion Microbeam",
Jpn. J. Appl. Phys. 28 (1989) L1644.
17. A. Kinomura, Y. F. Lu, M. Takai, S. Namba, M. Satou and A.
Chayahara:
"Evalutation of Compositional Change in Masklessly Deposited Lines
by Micro-RBS Analysis",
proceedings of the 1989 Fall Meeting, Materials Research Society,
Nov. 27 - Dec. 2, 1989, Boston, U. S. A.
18. Y. F. Lu, M. Takai, A. Kinomura, H. Sanda and S. Namba:
"Laser Induced Chemical Etching of Mn-Zn Ferrite and Simultaneous
Deposition of Silicon Dioxide",
submitted to Lasers in Materials Engineering.
19. A. Kinomura, M. Takai, M. Satou, A. Chayahara and S. Namba:
"Three-Dimensional RBS Analysis of Local Buried Layers Formed by
Masked Nickel-Implantation into Silicon",
submitted to Jpn. J. Appl. Phys.

[B] 国内学会発表

1. 中井裕之、木野村淳、土本淳一、高井幹夫、蒲生健次、南園忠則、難波進

- 「GaAsのレーザー誘起マスキングとデポジション(7)」
第32回応用物理学関係連合講演会(青山学院大学)1985. 4
2. 木野村淳、渡辺成一、高井幹夫、蒲生健次、難波進
「GaAsのレーザー誘起光化学反応によるエッチング」
第46回応用物理学学会学術講演会(京都大学)1985. 10
3. 渡辺成一、木野村淳、徳田潤、高井幹夫、蒲生健次、難波進
「臭素雰囲気中における単結晶シリコンのレーザー誘起エッチング」
第46回応用物理学学会学術講演会(京都大学)1985. 10
4. 木野村淳、渡辺成一、高井幹夫、蒲生健次、難波進
「GaAsのレーザー誘起光化学反応による異方性エッチング」
第33回応用物理学関係連合講演会(日本大学)1986. 4
5. 木野村淳、高井幹夫、蒲生健次、難波進
「Br₂ 雰囲気中のGaAsのレーザー誘起エッチング」
第47回応用物理学学会学術講演会(北海道大学)1986. 9
6. 木野村淳、高井幹夫、蒲生健次、難波進
「Br₂ 雰囲気中のGaAsのレーザー誘起エッチング(2)」
第34回応用物理学関係連合講演会(早稲田大学)1987. 4
7. 木野村淳、泉雅裕、松尾隆弘、高井幹夫、木内正人、佐藤守、蒲生健次、難波進
「MeV集束イオンビームによるマイクロアナリシス(4)」
第48回応用物理学学会学術講演会(名古屋大学)1987. 10
8. 木野村淳、松尾隆弘、高井幹夫、木内正人、佐藤守、蒲生健次、難波進
「MeV集束イオンビームによる微小領域のRBS分析」
第35回応用物理学関係連合講演会(法政大学)1988. 3
9. 木野村淳、松尾隆弘、高井幹夫、木内正人、佐藤守、蒲生健次、難波進
「MeV集束イオンビームによる多層構造のRBS分析」
第35回応用物理学関係連合講演会(法政大学)1988. 3
10. 松尾隆弘、木野村淳、高井幹夫、木内正人、佐藤守、蒲生健次、難波進
「高エネルギー集束重イオンビームの形成(1)」
第35回応用物理学関係連合講演会(法政大学)1988. 3
11. 木野村淳、松尾隆弘、高井幹夫、木内正人、佐藤守、難波進
「MeVイオンビーム集束系の高次収差の像形成への影響」

第49回応用物理学会学術講演会（富山大学）1988. 10

12. 松尾隆弘、木野村淳、高井幹夫、木内正人、佐藤守、難波進

「高エネルギー集束重イオンビームの形成（2）」

第49回応用物理学会学術講演会（富山大学）1988. 10

13. 木野村淳、高井幹夫、佐藤守、難波進

「MeVイオンマイクロプローブによるレーザーCVD層のRBS分析」

第37回応用物理学関係連合講演会（千葉大学）1989. 3

14. 木野村淳、高井幹夫、佐藤守、茶谷原昭義、難波進

「マスクレス描画されたSn層中の酸素組成の局所RBS分析による評価」

第50回応用物理学会学術講演会（福岡工業大学）1989. 9