

## 表面・局所分析の研究動向について

Research Activities in the Field of Surface/Microarea Analysis

尾張 真 則\*

Masanori OWARI

## はじめに

半導体デバイスやセンサー、表示素子など多種多様な素子について、微細化、高集積化、高機能化が進んでいる現在、材料の表面・界面の性質が機能それ自身、あるいは素子の耐久性を決定する上で大きな割合を占めるようになってきている。また、素子の生産性、信頼性を向上させる上では、微小な欠損や混入物を極力排除する必要がある。このような状況下において、材料の表面・局所分析には、感度、空間分解能など量的側面ならびに、得られる情報や分析対象の多様化など質的側面ともに材料開発、デバイス開発と並行して、あるいは、その一歩先を進むことが要請される。

筆者はこれまでX線光電子分光法・X線光電子回折法を用いた表面・表層解析法の研究ならびに二次イオン質量分析法を用いた局所分析法の研究に従事してきたが、今回、アムステルダムで開催された第8回二次イオン質量分析国際会議(SIMS-VIII)への出席と発表ならびに、ヨーロッパ数ヶ国の大学・研究所における表面分析関連研究室への訪問のため、1991年9月12日から27日までの期間海外出張を行う機会を得た。本稿では、SIMS-VIIIにおけるトピックスならびにFirenze大学、Fritz-Haber研究所における表面研究の一部を報告する。

## SIMS-VIII

二次イオン質量分析法(SIMS)は、材料表面に数100~数10keVに加速されたイオンを照射し、スパッタリングにより放出される二次イオンを質量分析することによる高感度表面分析手法であり、現在では半導体材料の評価に不可欠の分析法となっている。SIMSの国際会議は1977年以来隔年に開催されており、参加者数、発表件数ともに増え続け、今回は参加者400余名、発表290余件に上がった。なお、次回SIMS-IXは1993年に日本で開催する予定である。

会場にはヨーロッパ有数の国際会議場の一つである、アムステルダム市中心部から南約3kmに位置する

\*東京大学生産技術研究所 第4部

International Congress Centre RAIが用いられた。この会議場には広い展示場が併設され、ちょうど日本の幕張メッセとよく似た雰囲気の施設である。

会議は9月16日午前のノーベル賞学者W. Paulによる四重極質量分析器に関するOpening Lectureから始まり、9月20日までの5日間、Oral, Poster両セッションを交えて進められた。内容は基礎、装置、定量、同位体分析、種々の対象試料、関連技術など多岐にわたっているが、筆者が特に深い関心を持ち、発表も行ったイメージングに関するセッションについて以下に紹介する。

SIMSによるイメージングの手法は、質量分析器を含む二次イオン光学系に拡大投影機能を持たせ、二次元位置敏感検出器で二次イオン像を取得するmicroscope法と、一次イオンビームを細束化し、一次ビームのラスタ走査により二次イオン像を生成するmicroprobe法の2種に大別される。Microscope法は、現在広く普及しているCAMECA社製の装置を用いて比較的容易に実現できるため、像分解能は1~数 $\mu\text{m}$ 程度とあまり高くはないが、多くの応用がなされている。今回の国際会議では、粒界偏析元素の分布やLSIの三次元分析への応用例のほか、画像処理装置との結合により、二次イオン像の質を改善する試みに関する報告が数件あり、「見やすい」像への要請が高まっていることをうかがわせる。一方microprobe法は、収束イオンビームを一次ビームとして用いることにより、0.1 $\mu\text{m}$ 以下の像分解能を実現できる点でmicroscope法より有利であるが、現在のところ利用できる一次イオン種が限られており、感度等の理由で実用分析にはあまり普及していなかった。今回の国際会議において、二次負イオンの質量分析に有利なCs<sup>+</sup>一次イオンを細束化する技術が数件報告され、今後の発展が期待される。また、生成した二次イオンを有効に検出できる飛行時間型質量分析器を用いたmicroprobe法に関する報告がなされ、試料の消耗を軽減して高感度な元素分布像を得る試みも進められていることがわかる。筆者らは収束イオンビームによる試料消耗を逆に試料の微細加工手段として利用することにより、微小な三次元構造の分析法への新しいアプローチを示し、その独創性に広い関心

を集めた。

本国際会議においてなされた報告は、1992年春頃John Wiley & Sonsから“Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS VIII”として出版される予定であるので、詳細に関してはそちらを参照されたい。

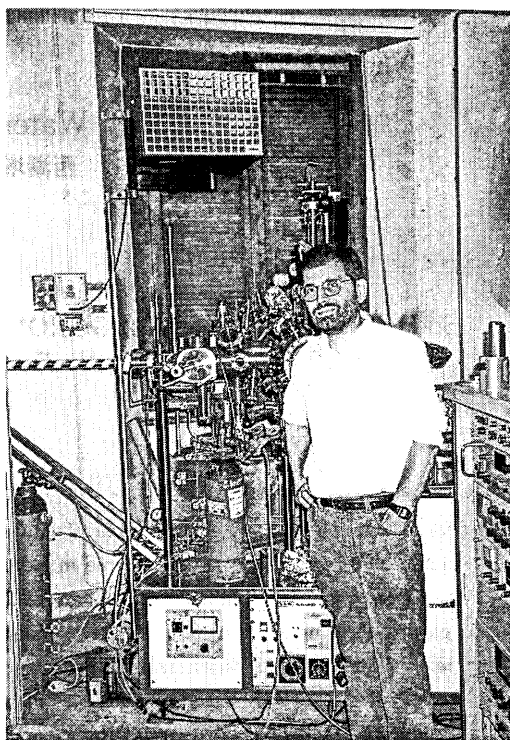
#### Firenze大学における表面研究

Firenze大学化学科 (Dipartimento di Chimica) の Bardi博士の研究室を訪問し、最近の博士の表面研究に関する話をうかがった。Bardi博士 (写真) は1987年に約6ヶ月間生産技術研究所二瓶研究室に客員研究員として滞在し、筆者らとともに二酸化チタン表面ならびにその上での貴金属原子の挙動に関してX線光電子分光法、X線光電子回折法を用いた研究を行った。現在博士は合金単結晶表面における気体分子吸着構造に関する研究を、各種電子分光法、低速イオン散乱分光法などを駆使して進めているが、吸着原子の位置を決定する際に最も重要な手法として、X線光電子回折法を利用しているとのことであった。この手法は本研究所で二瓶教授を中心として筆者らが開発してきたものであり、Bardi博士が本研究所滞在の成果として自国に持ち帰り、活用していることは筆者としても大変に有難いことであると感じた次第である。

#### Fritz-Haber研究所における表面研究

Fritz-Haber研究所はベルリン市南西部の閑静な住宅地に位置しており、ヨーロッパにおける表面物理化学研究の重要拠点の一つとして位置づけられている。研究所は物理化学、電子顕微鏡、表面反応、表面物理、理論の5部門に分かれており、今回筆者はその中の表面物理部門を訪問した。表面物理部門では固体表面への気体分子吸着ならびにその構造解析、光電子放出、半導体接合系の物性などに関し、電子分光、赤外分光、電子線回折、X線吸収、STMなどの手法を用いて研究を行っている。対象としている物質系についてはことさら目新しいという感触は得られなかったが、担当研究員のほとんどは自ら工夫を凝らした実験装置を駆使し、地味ではあるが精度の高い信頼性ある結果を得るべく着実に仕事を進めているように見受けられた。

Fritz-Haber研究所から地下鉄で2駅の、ここもまた閑静な住宅地の一角であるが、ベルリン電子ストレージリング (BESSY) の実験施設がある。BESSYはFritz-Haber研究所とは組織的に独立のものであるが、運営は実質的に同研究所によりなされている。高エネルギー物



Ugo Bardi博士と博士自作の超高真空表面解析実験装置  
Firenze大学化学科にて

理学研究所放射光実験施設と比較するとはるかに小規模なものであるが、種々の実験装置が所狭しと配置しており、活気にみなぎっているという感触を得た。

#### おわりに

以上紹介した訪問先のほかに、短時間ではあったがベルギーのAntwerp大学Micro and Trace Analysis Centreへも立ち寄ったが、いずれの研究機関においても聞かれた言葉が「予算は決して潤沢ではない」であり、基礎研究分野はどこの国でも類似の事情にあることを知らされた。

今回ヨーロッパ数ヶ国の研究機関を訪問し研究内容に関する意見交換を行ったが、研究内容に関する理解を深めたことに加えて、それまで論文の上で名前を知っていただけの数多くの研究者と直接会い、会話を交わしたことも重要な収穫であったと感じた次第である。末筆ではあるが、今回筆者にこのような機会を与えていただいた生産技術研究奨励会に感謝の意を表して調査報告とさせていただきます。(1991年11月5日受理)