

技術報告

スパッタ深さ方向分析におけるサンプルステージの傾斜角と回転角の誤差がイオン入射角に与える影響

松村 純宏*

株式会社 HGST ジャパン

〒 252-0888 神奈川県藤沢市桐原町1 番地

*su.matsumura@hgst.com

(2015 年 4 月 27 日受理; 2015 年 7 月 3 日掲載決定)

AES においてスパッタ深さ方向分析を行う場合、試料表面に対するイオンの入射角度はその目的に応じて選択される。スパッタイオンを試料表面に対して低角度で入射すると深さ分解能を向上させることができる。イオンの低角度での入射を実現するためには傾斜試料ホルダーとサンプルステージの回転を用いる必要がある。ステージの傾斜角と回転角の誤差がイオン入射角に与える影響について検討し、いくつかの AES 装置のイオン銃の配置の場合について計算した結果を報告する。

Effect of Incidence Angle of Ions Caused by Inaccuracy of Stage Tilt Angle and Stage Rotation Angle on Sputter Depth Profiling Analysis

Sumihiro Matsumura*

HGST Japan, Ltd.,

1, Kirihara-cho, Fujisawa-shi, Kanagawa, 252-0888, Japan

*su.matsumura@hgst.com

(Received: April 27, 2015; Accepted: July 3, 2015)

Auger electron spectroscopy (AES) is frequently applied for sputter depth profiling of ultra thin films. The angle of incidence of sputter ion is selected depending on the purpose of the depth profiling. The depth resolution is improved by applying glancing angle of ion beam. An inclined holder and adequate rotation angle of stage is proposed in order to implement the glancing angle of ion beam. However, the experiment requites delicate conditions. In this study, effect of angle of incidence of ions caused by inaccuracy of stage tilt angle and stage rotation angle was investigated using computer calculation. The numerical results for some commercial AES equipment are also reported.

1. はじめに

表面分析研究会 DP-WG (Depth profiling - working group)では高感度・高深さ分解能オージェ深さ方向分析[1,2]を日常的な分析に活用することを目標として活動が行われている[3-6]。試料表面に対してス

パッタイオンを低角度で入射すると深さ分解能を向上することができ、入射電子を低角度で入射することで感度が向上することを利用した測定法である。AES 装置としては、試料ホルダーとステージの傾斜がない場合に電子線が試料面法線に並行かつステー

ジの回転軸と一致する装置を利用する。この場合、ステージの傾斜を利用しない状態で傾斜試料ホルダーを用いると、ステージを回転させても常に試料面に対する電子線の入射角度を一定にすることができる。イオンの試料面に対する入射角度は傾斜試料ホルダーの傾斜角とステージの回転角により変化するが、両者を適切に設定することでイオン・電子の低角度入射を同時に実現することができる。ステージの傾斜は利用しないため、傾斜試料ホルダーの傾斜角を大きくするほど電子線は表面に対して低角度で入射することになる。低角度で電子線を入射すると感度が向上するため、高感度という点では傾斜試料ホルダーの傾斜角度は大きい方がよい。ただし、傾斜角度が大きい場合のデメリットとしては角度が大きくなるほど試料表面の電子像は傾斜の影響で見づらくなる。電子線の入射角が一定の中で、ステージの回転を利用し、イオンの入射角が低角度になるように設定する。深さ分解能を向上させるにはイオンの入射角をできるだけ低角度に設定する必要があるが、イオン銃の調整は難しくなってくる。ステージの回転角は傾斜試料ホルダーの傾斜角度と目標とするイオンの入射角および使用している装置のイオン銃の配置が決まれば幾何学的な計算により求められるが、永富隆清氏作成のソフトウェア(MRIシミュレータ)を用いるとより簡単に回転角が得られる[7]。

計算で求められた回転角にステージを調整して深さ方向分析を行うが、実際の回転角はステージの精度により計算で求めた値とは違っている。また、ステージの傾斜に関しては利用しないが、傾斜角 0° が実際の 0° からずれているとイオン入射角が違った値になる。そこで、ステージの傾斜角・回転角の誤差がイオン入射角に与える影響について検討した。

2. 計算方法

試料面の法線ベクトルに対して、傾斜試料ホルダーの傾斜、ステージの回転、ステージの傾斜に対応する行列との積を順にとり、得られた試料面法線ベクトルとイオン入射方向を表すベクトルの内積からイオンの入射角度を計算できる。ステージの傾斜を利用しない測定法ではあるが、その誤差の影響を調べるためにステージの傾斜角も変数として計算する。得られた入射角度を傾斜角・回転角でそれぞれ偏微分し、傾斜角・回転角による入射角の変化を調べた。

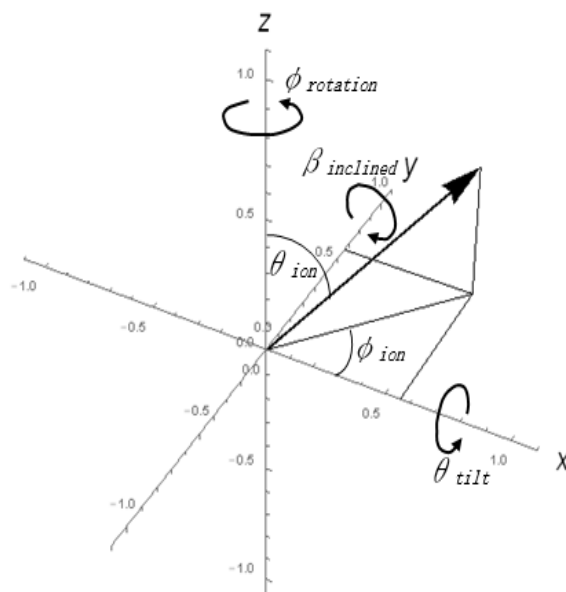


Fig. 1. Definition of coordination, inclined angle of inclined holder, stage rotation angle, stage tilt angle, and direction of sputter ion beam.

2.1 イオン入射角

直交座標系(右手系)を用い、以下の様に傾斜試料ホルダーの傾斜、ステージの回転、ステージの傾斜の角度を定義する。傾斜、回転はこの順に行う。傾斜試料ホルダーの傾斜(傾斜角 $\beta_{inclined}$)は y 軸周りの回転で、 y 軸正の方向から原点を見て反時計回りを傾斜の正の方向とする。試料面法線が z 軸に平行な場合を $\beta_{inclined} = 0^\circ$ とする。ステージの回転(回転角 $\phi_{rotation}$)は z 軸周りの回転で、 z 軸正の方向から原点を見て反時計回りを回転の正の方向とする。ステージの傾斜(傾斜角 θ_{tilt})は x 軸周りの回転で、 x 軸正の方向から原点を見て反時計回りを傾斜の正の方向とする。 $\beta_{inclined} = 0^\circ$ で試料面法線が z 軸に平行な場合を $\theta_{tilt} = 0^\circ$ とする。イオン銃の入射方向は z 軸からの角度(θ_{ion})と x - y 平面への射影の x 軸からの角度(ϕ_{ion})で表す。 ϕ_{ion} はステージの回転と同じ方向を正の方向とする。以上の関係を Fig. 1 に図示する。

試料面の初期状態は $\beta_{inclined} = 0^\circ$ かつ $\theta_{tilt} = 0^\circ$ で試料面法線 \vec{s}_i は z 軸正の方向であるので、

$$\vec{s}_i = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \dots\dots\dots (1)$$

とする。傾斜試料ホルダーの傾斜、ステージの回転、ステージの傾斜を表す行列はそれぞれ順に以下のようになる。

$$K = \begin{pmatrix} \cos \beta_{inclined} & 0 & \sin \beta_{inclined} \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \beta_{inclined} & 0 & \cos \beta_{inclined} \end{pmatrix} \dots\dots(2)$$

$$R = \begin{pmatrix} \cos \phi_{rotation} & -\sin \phi_{rotation} & 0 \\ \sin \phi_{rotation} & \cos \phi_{rotation} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \dots\dots(3)$$

$$T = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta_{tilt} & -\sin \theta_{tilt} \\ 0 & \sin \theta_{tilt} & \cos \theta_{tilt} \end{pmatrix} \dots\dots(4)$$

最終的な試料面法線 \vec{s} は初期状態 \vec{s}_i と傾斜試料ホルダーの傾斜, ステージの回転, ステージの傾斜の行列との積を左から順にとればよいので,

$$\vec{s} = TRK\vec{s}_i = \begin{pmatrix} \sin \beta_{inclined} \cos \phi_{rotation} \cos \theta_{tilt} - \cos \beta_{inclined} \sin \theta_{tilt} \\ \sin \beta_{inclined} \sin \phi_{rotation} \cos \theta_{tilt} + \cos \beta_{inclined} \sin \theta_{tilt} \\ \cos \beta_{inclined} \cos \phi_{rotation} \sin \theta_{tilt} - \sin \beta_{inclined} \sin \phi_{rotation} \sin \theta_{tilt} \end{pmatrix} \dots\dots(5)$$

となる. イオンの入射方向 \vec{i} は

$$\vec{i} = \begin{pmatrix} \sin \theta_{ion} \cos \phi_{ion} \\ \sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \\ \cos \theta_{ion} \end{pmatrix} \dots\dots(6)$$

である. 試料面に対するイオン入射角 θ を試料面法線とイオンの入射方向との成す角として定義すると, \vec{s} と \vec{i} との内積をとり, \cos の逆関数 \arccos を用いて,

$$\theta = \arccos(\cos \beta_{inclined} (\cos \theta_{ion} \cos \theta_{tilt} - \sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \sin \theta_{tilt}) + \sin \beta_{inclined} (\sin \theta_{ion} \cos \phi_{ion} \cos \phi_{rotation} + \sin \phi_{rotation} (\cos \theta_{ion} \sin \theta_{tilt} + \sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \cos \theta_{tilt}))) \dots\dots(7)$$

と表すことができる. 低角度入射と書いているが, θ の値は大きくなる. ここで, \arccos は 0 または正の値をとるようにする. また, $\theta \geq 90^\circ$ では表面をスパッタできないので, ステージの傾斜を利用しない状態 ($\theta_{tilt} = 0^\circ$) で $\theta < 90^\circ$ となるように $\phi_{rotation}$ を設定する. θ_{tilt} の誤差による影響を考えるためには θ_{tilt} による偏微分をする必要があるため, 偏微分した後で $\theta_{tilt} = 0^\circ$ の場合について考える. イオンの入射方向は装置が決まれば θ_{ion} および ϕ_{ion} が決まり, $\beta_{inclined}$ は電

子線の入射角度を決めれば傾斜角度が決まる. そのため, これらの条件の下で設定したい θ になるように $\phi_{rotation}$ を決める.

2.2 イオン入射角のステージの回転角及び傾斜角への依存性

θ の θ_{tilt} と $\phi_{rotation}$ の誤差による依存性を知るため, 式(7)で表される θ を θ_{tilt} と $\phi_{rotation}$ でそれぞれ偏微分し, 以下の関係式を得る.

$$\frac{\partial \theta}{\partial \theta_{tilt}} = (\cos \beta_{inclined} (\cos \theta_{ion} \sin \theta_{tilt} + \sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \cos \theta_{tilt}) + \sin \beta_{inclined} \sin \phi_{rotation} (\sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \sin \theta_{tilt} - \cos \theta_{ion} \cos \theta_{tilt})) / \sin \theta \dots\dots(8)$$

$$\frac{\partial \theta}{\partial \phi_{rotation}} = \sin \beta_{inclined} (\sin \theta_{ion} \cos \phi_{ion} \sin \phi_{rotation} - \cos \phi_{rotation} (\cos \theta_{ion} \sin \theta_{tilt} + \sin \theta_{ion} \sin \phi_{ion} \cos \theta_{tilt})) / \sin \theta \dots\dots(9)$$

(8), (9)に, 使用する装置によって決まる θ_{ion} , ϕ_{ion} と測定時に用いる θ , $\theta_{tilt} = 0^\circ$, $\phi_{rotation}$, $\beta_{inclined}$ を

代入することで, その条件での θ_{tilt} と $\phi_{rotation}$ の誤差による θ への影響を求めることができる.

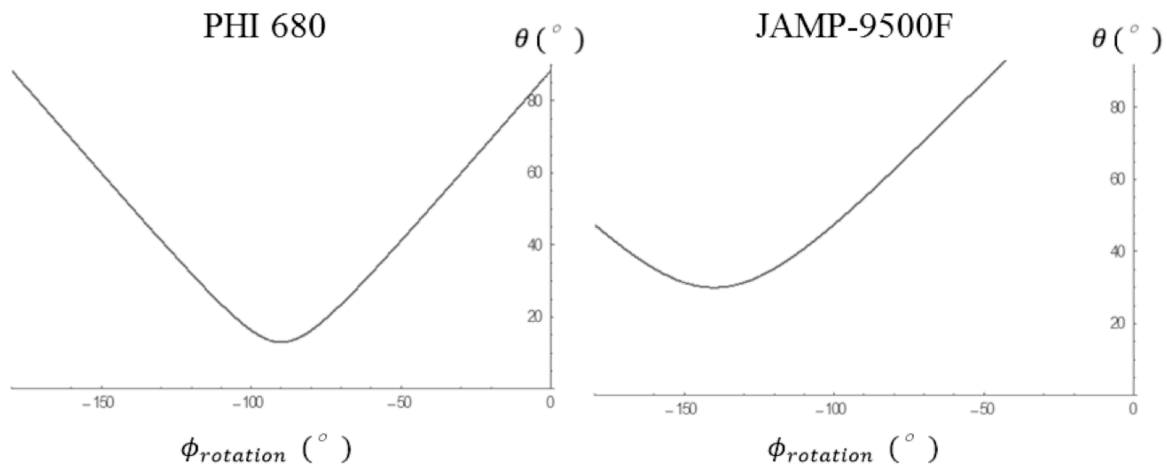
Table 1. Rotation angle of stage to achieve 80° between surface normal of specimen and ion beam.

	PHI 680 ($\phi_{ion} = -90^\circ$, $\theta_{ion} = 72^\circ$)			JAMP-9500F ($\phi_{ion} = -140^\circ$, $\theta_{ion} = 55^\circ$)		
$\beta_{inclined}$ (°)	45	70	85	45	70	85
$\phi_{rotation}$ (°)	4	-4	-9	-26	-48	-59

3. 結果と考察

実際の装置で傾斜試料ホルダーを用いた低角度イオン入射での深さ方向分析時の、 θ_{tilt} と $\phi_{rotation}$ の誤差による θ への影響を考える。装置としてはアルバック・ファイ製の PHI 680 と日本電子製の JAMP-9500F とについて考える。PHI 680 では $\phi_{ion} = -90^\circ$, $\theta_{ion} = 72^\circ$ となり、JAMP-9500F では $\phi_{ion} = -140^\circ$, $\theta_{ion} = 55^\circ$ となる。また、以下では $\theta = 80^\circ$ とし、 $\beta_{inclined}$ は 45°, 70°, 85° の場合について考える。前述したように $\theta_{tilt} = 0^\circ$ とする。まず、 $\theta = 80^\circ$ になる $\phi_{rotation}$ の角度を求める。例として、PHI 680 と JAMP-9500F の両方で $\beta_{inclined} = 85^\circ$ の場合を考える。 θ についての式(7)で変数は $\phi_{rotation}$ のみであり、 $\phi_{rotation}$ に対する θ のグラフを Fig. 2 に示す。このグラフから PHI 680 では $\phi_{rotation} = -9^\circ$, JAMP-9500F では $\phi_{rotation} = -59^\circ$ で $\theta = 80^\circ$ になることが分かる。傾斜ホルダーの傾斜角が他の場合についても同様にステージ回転角 $\phi_{rotation}$ を求めることができる。その結果を Table 1 に示す。また、それぞれの場合についての試料面法線とイオンの入射方向との関係を Fig. 3 に図示する。

次に θ の θ_{tilt} 及び $\phi_{rotation}$ への依存性について考える。式(7)を θ_{tilt} と $\phi_{rotation}$ それぞれで偏微分した式(8)および式(9)を PHI 680 と JAMP-9500F とに適用する。先と同様に $\beta_{inclined}$ は 45°, 70°, 85°, $\theta_{tilt} = 0^\circ$ とし、例として $\beta_{inclined} = 85^\circ$ の場合を考える。式(7)の θ_{tilt} での偏微分である式(8)で θ_{tilt} を変数とし、 $\theta = 80^\circ$ となる $\phi_{rotation}$ (PHI 680 では $\phi_{rotation} = -9^\circ$, JAMP-9500F では $\phi_{rotation} = -59^\circ$)でのグラフを描いた結果を Fig. 4 の上図に示す。 $\theta_{tilt} = 0^\circ$ の場合について考えているため、式(8)より PHI 680 では -0.04, JAMP-9500F では 0.45 となる。式(7)の $\phi_{rotation}$ での偏微分である式(9)で $\phi_{rotation}$ を変数としてグラフを描いた結果を Fig. 4 の下図に示す。 $\theta = 80^\circ$ になる $\phi_{rotation}$ は Table 1 より PHI 680 では $\phi_{rotation} = -9^\circ$, JAMP-9500F では $\phi_{rotation} = -59^\circ$ であるため、式(9)に $\phi_{rotation}$ を代入すると PHI 680 では 0.95, JAMP-9500F では 0.82 となる。傾斜ホルダーの傾斜角が他の場合についても同様に計算を行った結果を Table 2 に示す。

Fig. 2. Relation between $\phi_{rotation}$ and θ for both PHI 680 and JAMP-9500F in the case of $\beta_{inclined} = 85^\circ$.

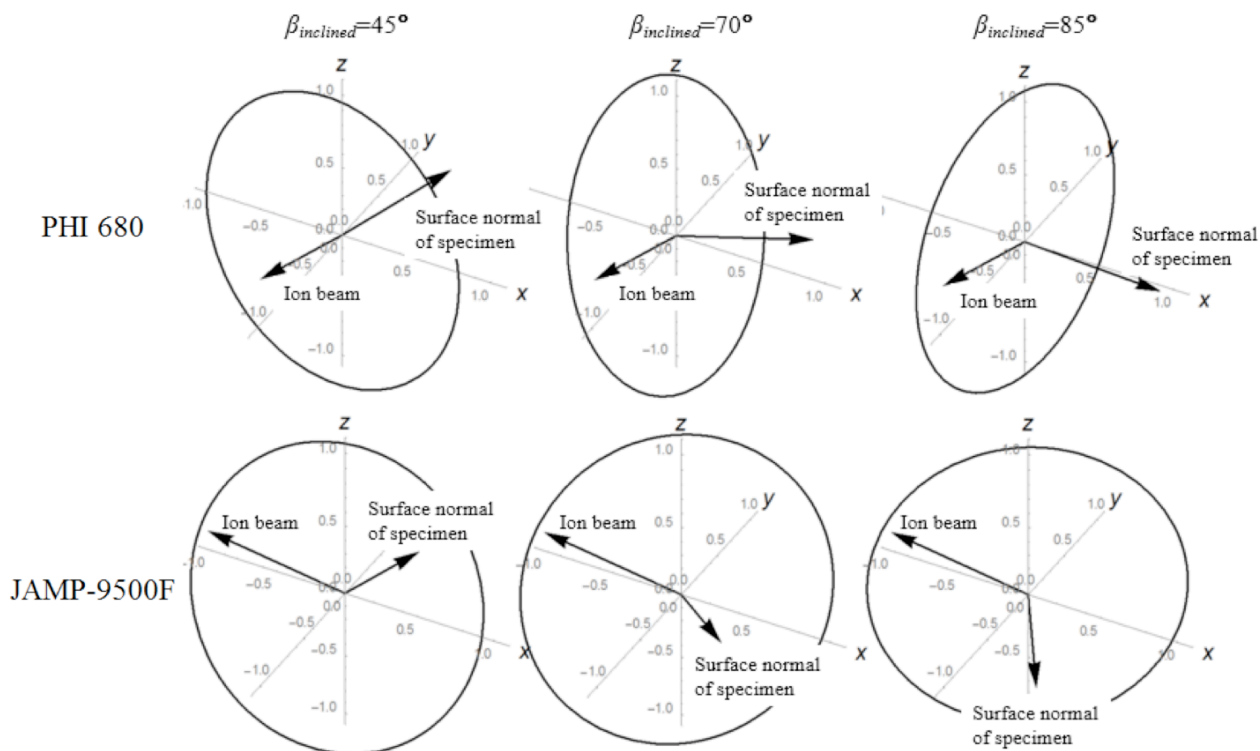


Fig. 3. Relation between surface normal of specimen and ion beam when $\theta=80^\circ$ for PHI 680 and JAMP-9500F with $\beta_{inclined}=45^\circ$, 70° , and 85° .

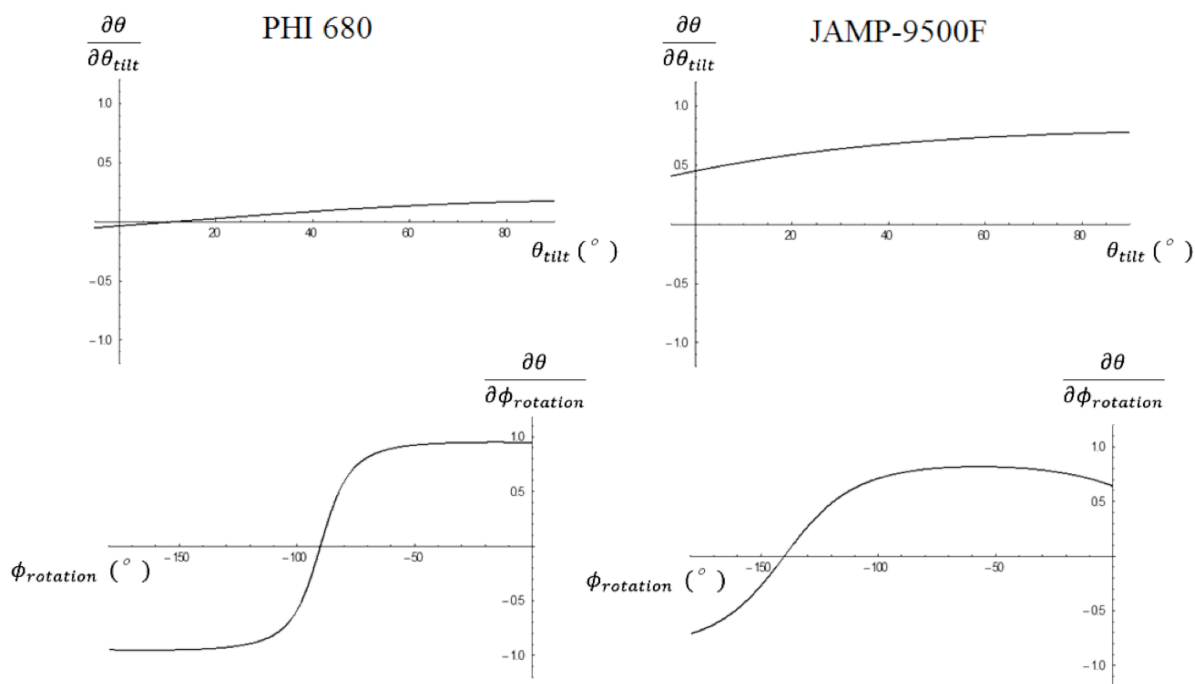


Fig. 4. Partial differential of θ by θ_{tilt} at $\phi_{rotation} = -9^\circ$ for PHI 680 and $\phi_{rotation} = -59^\circ$ for JAMP-9500F (upper graph) and θ by $\phi_{rotation}$ at $\theta_{tilt}=0^\circ$ (lower graph).

Table 2. Obtained partial differential of θ by θ_{tilt} and θ by ϕ_{rotation} at $\theta=80^\circ$.

	PHI 680 ($\phi_{\text{ion}} = -90^\circ$, $\theta_{\text{ion}} = 72^\circ$)			JAMP-9500F ($\phi_{\text{ion}} = -140^\circ$, $\theta_{\text{ion}} = 55^\circ$)		
$\beta_{\text{inclined}} (^\circ)$	45	70	85	45	70	85
$\phi_{\text{rotation}} (^\circ)$	4	-4	-9	-26	-48	-59
$\frac{\partial \theta}{\partial \theta_{\text{tilt}}}$	-0.70	-0.31	-0.04	-0.20	0.22	0.45
$\frac{\partial \theta}{\partial \phi_{\text{rotation}}}$	0.68	0.90	0.95	0.54	0.78	0.82

Table 2 より、次のことが分かる。PHI 680 では、 $\beta_{\text{inclined}} = 45^\circ$ では θ_{tilt} 及び ϕ_{rotation} それぞれの変化に対してイオン入射角の変化は約 70% である。 β_{inclined} が増加した場合に θ_{tilt} の変化による影響は減少し、 β_{inclined} が 70° 、 85° でそれぞれ 31%、4% となり、 $\beta_{\text{inclined}} = 85^\circ$ では θ_{tilt} の誤差はほとんど効いてこないことがわかる。これに対して、 β_{inclined} が増加すると ϕ_{rotation} の変化による影響は増加し、 β_{inclined} が 70° 、 85° でそれぞれ 90%、95% となり、 ϕ_{rotation} の誤差がほぼそのままイオン入射角の誤差となることが分かる。PHI 680 で $\beta_{\text{inclined}} = 85^\circ$ の場合は Fig. 3 で右上の図で、この結果はこの図を見るとほぼ自明なものである。試料面法線とステージ傾斜の軸である x 軸が並行に近いと、ステージの傾斜を行っても試料面法線はあまり変化しない。これに対し、試料面法線とステージ回転の軸である z 軸の成す角は 85° と直角に近く、ステージの回転により試料面法線の方向は大きく変化する。以上より、PHI 680 で高傾斜の傾斜試料ホルダーを使用する際にイオン入射角を精度良く設定するにはステージ回転角の誤差を小さくする必要が分かる。

JAMP-9500F では、 $\beta_{\text{inclined}} = 45^\circ$ では θ_{tilt} 及び ϕ_{rotation} の変化に対してイオン入射角の変化はそれぞれ 20%、54% であり、PHI 680 の場合よりもどちらも影響は小さい。傾斜試料ホルダーの傾斜角が増加した場合にステージ傾斜角の変化による影響は β_{inclined} が 70° では傾斜角 45° とほぼ変わらず 22% であるが、 $\beta_{\text{inclined}} = 85^\circ$ では増加し 45% になる。 β_{inclined} が増加すると ϕ_{rotation} の変化による影響は増加し、 β_{inclined} が 70° 、 85° でそれぞれ 78%、82% となる。 $\beta_{\text{inclined}} = 85^\circ$ の場合、JAMP-9500F では回転角の誤差による影響が 82% と大きいですが、傾斜角の誤差による影響も 45% ある。

4. 謝辞

本報告の作成に当たり以下の方々にご協力いただいた。旭化成株式会社の永富隆清氏には MRI シミュレータを使用させていただいた。矢崎総業株式会社の中内康生氏には MRI シミュレータの使用法をお教え頂いた。また、PHI 680 の場合について MRI シミュレータで計算したステージ回転角の値をお教え頂いた。日本電子株式会社の堤建一氏には JAMP-9500F のイオン銃の配置とステージ傾斜の軸をお教え頂いた。同装置で傾斜角 45° の傾斜ホルダーの場合の回転角、傾斜角とイオン入射角の関係のグラフを提供頂き、今回の計算で同じ結果が得られることを確認できた。ここに深く感謝の意を表します。

5. 参考文献

- [1] 荻原俊弥, 永富隆清, 金慶中, 田沼繁夫, 表面科学, **32**, 664 (2011).
- [2] 荻原俊弥, 永富隆清, 金慶中, 田沼繁夫, *J. Surf. Anal.*, **18**, 174 (2012).
- [3] 石津範子, DP-WG, *J. Surf. Anal.*, **18**, 85 (2011).
- [4] 石津範子, 永富隆清, DP-WG, *J. Surf. Anal.*, **19**, A-88 (2013).
- [5] Yasuo Yamauchi, DP-WG of SASJ, Abstract of 6th International Symposium on Practical Surface Analysis, p. 34 (2013).
- [6] Noriko Ishizu, Makoto Souma, DP-WG, Abstract of 6th International Symposium on Practical Surface Analysis, p. 68 (2013).
- [7] 永富隆清, SASJ DP-WG, *J. Surf. Anal.* **19**, A-87 (2013).

査読コメント，質疑応答

査読者 1. 萩原俊弥 (物質・材料研究機構)

極低角度入射ビームを用いた高感度・高深さ分解能オージェ深さ方向分析法 (本計測法) は，傾斜試料ホルダーに試料をセットして測定する方法です。この際，傾斜試料ホルダーの傾斜角が電子線の入射角度を決めることとなります。また，試料ステージの回転機構を利用してイオン線の入射角度を決めることとなります。試料ステージの回転機構のみを利用するため，電子線の入射角は常に一定となります。半球型の電子分光器を搭載した装置では，電子線，イオン線，分光器の3つがユーセントリック位置にフォーカスされているため，試料の高さ調整 (Z 軸の調整) が重要です。以上の基本的な内容をふまえて，原稿を査読しました。

[査読者 1-1]

本計測法は，試料ステージの傾斜を利用しません。また，仮に傾斜試料ホルダーを傾斜してさらに回転した場合，計算的にはイオン入射角を求めることはできませんが，電子線の角度を任意に設定して，その電子線およびイオン線の入射角条件で，Z 軸の調整を行うことは，極めて困難です。

一方，“サンプルステージの傾斜角と回転角の誤差がイオン入射角に与える影響”のみを考えると有益な情報を与えてくれます。

今回の技術報告は，本計測法を用いる上で役立つ内容であると展開されていますが，本計測法では基本的に試料ステージの傾斜を利用しませんので，本計測法を利用する人たちが誤解しないように，特に“はじめに”の文章を改訂する必要があると考えます。

[著者]

ご指摘の通りで，試料ステージの傾斜を利用しない測定法ですが，試料ステージの傾斜を利用することもできるように取れる文章になっていました。測定法について誤解がないよう，特に“はじめに”を中心に文章を改訂しました。

[査読者 1-2]

タイトルの“スパッタ深さ分析”ですが，表面化学分析—用語 (JIS K 0147 : 2004) では，“スパッタ深さ方向分析”の用語で定義されています。“方向”を加えてはいかがでしょうか。

[著者]

ご指摘ありがとうございます。

タイトル及び要旨で“スパッタ深さ分析”と書いていた部分を“スパッタ深さ方向分析”と修正しました。また，本文でも“深さ分析”と書いている箇所が2箇所ありましたので，ここも同様に“深さ方向分析”と修正いたしました。

査読者 2. 間宮一敏 (アルバック・ファイ)

高深さ分解能高感度深さ分析を行う上でステージのどの角度に注意を要するかを検討した内容は，実務的な分析に対して有用な情報を提供していると考えられ，掲載する価値があると判断します。以下の点についてさらにご検討いただけると幸いです。

[査読者 2-1]

回転角度の及ぼす誤差計算の式(9)について $\theta_{\text{tilt}} = 0^\circ$ の条件を課していますがこの段階では θ_{tilt} の自由度を残した一般式を載せておいて，次節の具体的な誤差評価のときに $\theta_{\text{tilt}} = 0^\circ$ の条件で評価したことを示すほうが読者により有益ではないでしょうか。

[著者]

当初は θ_{tilt} の自由度を残した式で書いていたのですが，試料ステージの傾斜は利用しないことを示すために $\theta_{\text{tilt}} = 0^\circ$ とした式を書きました。

しかし，ご指摘を受け，読者により有益になるよう，試料ステージの傾斜は利用しないことをきちんと説明した上で， θ_{tilt} の自由度を残した式に変更しました。

[査読者 2-2]

45° ， 70° ， 85° の傾斜ホルダーで評価されていますが，実際の測定で傾斜ホルダーの角度を選ぶ際の指針などありましたら，短くてもよいので記述を加えていただけないでしょうか。

[著者]

“はじめに”を改訂し，傾斜ホルダーの傾斜角と電子線入射角の関係，傾斜ホルダーの角度を大きくすることのメリットとデメリットを記述しました。

[査読者 2-3]

実際の装置に対する誤差評価のところでは，PHI 680 の $\theta_{\text{ion}} = 77^\circ$ とありますが，正しくは 72° ではないでしょうか。ご確認お願いいたします。

[著者]

ご指摘ありがとうございます。装置メーカーに確認し、 $\theta_{ion}=72^\circ$ とのことでしたので PHI 680 についての図，グラフ，計算結果を全て修正しました。