

SIMS における帯電補償

本間 芳和

NTT 基礎技術総合研究所 〒180 武蔵野市緑町 3-9-11

1. はじめに

SIMS における試料の帯電 (チャージアップ) は、質量分析計内での二次イオン軌道を変化させ、帯電が大きい場合には全く信号が検出できなくなる。帯電の補償法には様々なものが用いられている。特に、分析のプロブであるイオンビームとは独立に電子ビームを照射できるので、SIMS では比較的帯電補償を行いやすいといえる。以下に、ダイナミック SIMS における帯電補償法をまとめる。なお、実際の帯電現象は、装置の種類や構造に依存する部分が多いことをお断りしておく。

2. SIMS の帯電補償法

SIMS で用いられている実用的な帯電補償法には以下のものがある。

- ①電子ビーム照射
- ②負一次イオン照射
- ③試料バイアスシフト
- ④導電膜蒸着
- ⑤導電性メッシュの利用
- ⑥導電性基板上への分散 (微粒子等)

このうち、電子ビーム照射が最も一般的に用いられているが、他の方法と併用することが多い。また、②と④は SIMS に特有の方法である。

3. 帯電補償の実際

(1) 電子ビーム照射

イオンビーム (電流 I_p) と電子ビーム (I_e) を試料に照射したとき試料に流れる電流は次式で与えられる。ただし、二次イオン電流や試料周囲の電極等から発生する三次イオン、三次電子を無視する。

$$I = I_p (x + \gamma) - I_e (1 - \delta)$$

ここで、正の一次イオンでは $x = 1$ 、負イオン

では $x = -1$ である。また、 γ 、 δ はそれぞれイオンビーム照射、電子ビーム照射における二次電子収率である。ただし、装置のタイプや二次イオン検出モードによって異なる状況が現れる。例えば、磁場型の質量分析計では二次イオンを加速するため試料に 5 kV 近い電圧を印加する。この場合、正の二次イオン検出では二次電子放出が抑えられ、

$$I = xI_p - I_e$$

となる。一方、四重極型の質量分析計では二次電子の効果が大きい。

一般に $I = 0$ なる状況をイオンビームと電子ビームの微妙なバランスによって作り出すのは困難である。そこで③や④と併用される場合が多い。導電性基板上の薄膜絶縁物では、電子ビーム誘起導電効果により、電子が基板側に流れるため過剰な電子ビームを照射しても負の帯電が起こりにくい [1]。また、四重極型の装置では一次イオンが二次電子と再結合することにより安定な帯電状態に落ち着くとみられる場合もある [2]。

磁場型の質量分析計で負イオン検出を行う場合、電子に対して試料が逆バイアスされるため、電子ビームを試料電位より高く加速する必要がある。このとき、試料電位とほぼ同じ電位で加速すると、試料表面で電子の運動エネルギーがゼロとなる。絶縁物の表面に導電膜を蒸着しイオンビーム照射領域のみを露出させると、帯電の状況に応じて電子が表面に引き寄せられたり反発されたりして、自動的に帯電補償が行われる [3]。この方法はまた電子ビーム損傷がほとんどないので、有機物の分析に有用である。

(2) 負イオンビーム照射

原理的には、負イオンビーム照射の場合、電

子ビーム照射なしでも

$$I = I_p (\gamma - 1)$$

となるので、 $\gamma \sim 1$ であれば帯電を抑えることが可能である。実際には、二次電子放出が起こらないはずの磁場型質量分析計で正イオン検出を行う場合でも、負イオンビームを用いると帯電が少ない。正電荷よりも電子の方がチャージが逃げやすいためと思われる。この方法は鉱物の分析によく用いられている。

(3) 試料バイアスシフト

表面の帯電に応じて二次イオンのエネルギー分布がシフトするので、シフト分をオフセットするように試料ホルダの電位を変えれば二次イオンの軌道を正規の位置に戻せる。具体的には、試料バイアスを変化させて特定イオンの強度が最大になるところを探す。深さ方向分析の場合には測定サイクルごとにバイアスの最適化を行う。帯電が小さい場合や電子ビーム照射と併用する場合に有用である。

(4) 導電膜等の利用

ダイナミック SIMS では表面をスパッタリングしながら深さ方向分析を行うので、表面に薄い導電膜を蒸着しても分析の妨げにならない。導電膜を蒸着することによりチャージを横方向に逃がすことができる。電子ビーム照射と併用すると、表面の電子ビーム誘起導電効果によりチャージが逃げやすいと考えられる[1]。イオン走査領域が狭いほど効果が大きく、絶縁物の露出領域の幅が $20 \mu\text{m}$ 以内であれば電子ビーム照射なしでも帯電を抑えられる。導電性基板上に置いた絶縁性微粒子等も同様に電子ビーム照射なしで分析できる。導電性メッシュを置いて同様な効果が生じるが、磁場型の質量分析計ではメッシュの凹凸により試料表面の電位分布が乱されるため、イオン強度が低下する。表面に蒸着したくない場合には、分析箇所をマスクし、蒸着膜の近傍を分析する。

References

[1] Y. Homma, Y. Ishii and M. Oshima, *Mass Spectroscopy*, 32, 345 (1984).

[2] K. Wittmaack, *Surf. Int. Anal.* 10, 311 (1987).

[3] G. Slodzian, M. Chaintreau and R. Dennebouy, "SIMS V", Ed. by A. Benninghoven, R.J. Colton, D.S. Simons and H. W. Werner, p. 158 (1986), (Springer, Berlin)

Charge compensation in SIMS

Y. Homma

NTT Science and Core Technology Laboratory
Group

3-9-11 Midoricho, Musashino-shi, Tokyo 180

Charge compensation techniques in the SIMS insulator analysis are discussed. Electron flooding is most commonly employed in combination with sample bias shifting or depositing a conductive overlayer. Electron-beam-induced conductivity seems to be an important factor in charge compensation for thin-film insulators or when a conducting overlayer is used. However, the charge compensation mechanism depends largely on the instrument types, namely, magnetic sector based and quadrupole based instruments. Other approaches include negative primary ion bombardment, which has been proved successful in geology applications, and the use of a conductive grid for quadrupole based instruments.