

技術資料

深さ方向分析に関するアンケート調査結果

鈴木峰晴、荻原俊弥*

NTTアドバンステクノロジー(株)、*(株) ジャパンエネルギー分析センター
243-01 神奈川県厚木市森の里若宮3-1 NTT厚木研究開発センター内
*335 埼玉県戸田市新曽南3-17-35

Answer to the Questionnaire of In-depth Analysis using Internet SASJ Mailing Group

Mincharu Suzuki and Toshiya Ogiwara*

NTT Advanced Technology Corporation, *Japan Energy Analytical Research Center Co., Ltd.
3-1 Morinosato-Wakamiya, Atsugi, Kanagawa 243-01
*3-17-35, Niizo-Minami, Toda, Saitama 335

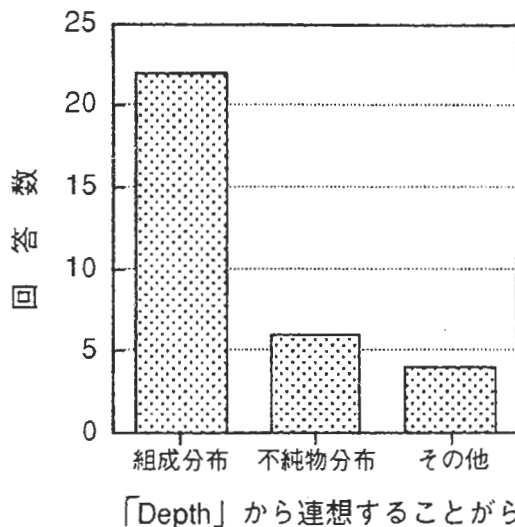
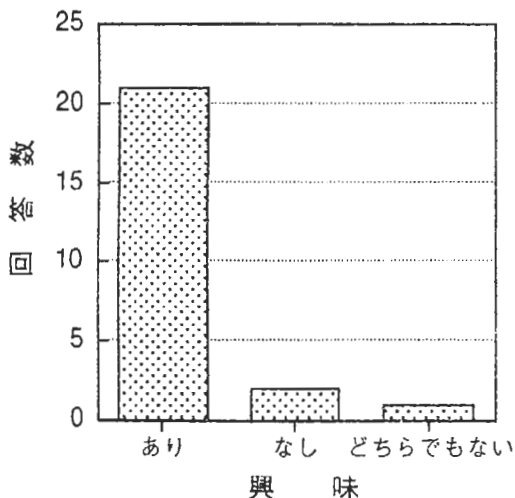
表面分析研究会では、多様な材料のXPS/AESスペクトルデータベースの収集が進められていること
はご存知の通りです。また、スペクトル測定における帯電現象に代表されるような測定上の問題
点についても、材料別分科会等で議論されております。ただこれらの殆どは横軸がエネルギー軸か
らなるスペクトルです。

一方、私たちの実試料の分析には、汚染層や自然酸化膜層を除去するスパッタリングを用いること
が多いし、また深さ方向分析は少なからず行っています。表面分析研究会でも「深さ方向分析」に
フォーカスした活動を進めたらどうかとの意見ができました。そこで、会員の皆さんの「深さ方
向分析」への関心度や関心事項をお聞きする目的で昨年11月中旬に電子メールグループ
sasj@nirim.go.jp を利用させていただきアンケートをとらせていただきました。

24名の方からご回答をいただきましたので、この場でその結果を報告させていただきます。あわ
せて、ご協力いただいた方にお礼申し上げます。

I. 全体的な質問について

1)【質問】「Depth」に興味がありますか？



2)【質問】「Depth」というキーワードでどのような
ことを連想しますか？ a：深さ方向の組成分
布分析 b：深さ方向の不純物分布分析 c：
その他（キーワードを書いて下さい）

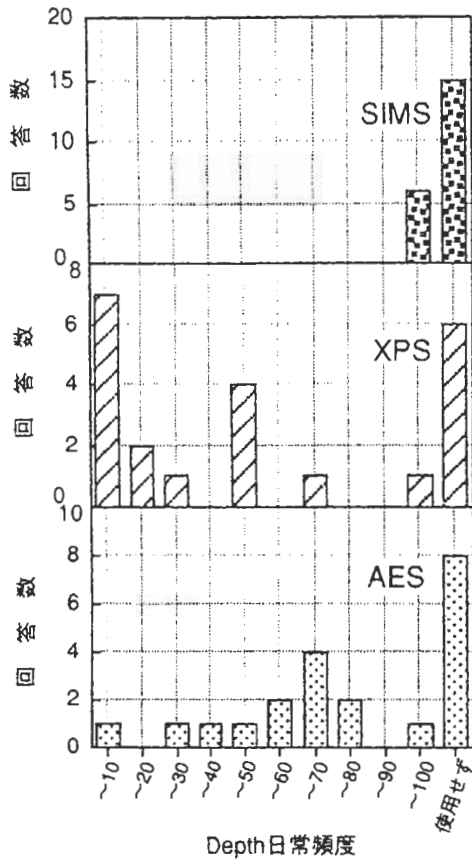
回答していただいた方の9割弱が興味をもって
おり、その多くが「深さ方向の組成分布分析」を
Depthとしてとらえていることがわかる。「不純物

の分布」は私の予想より低かったのですが、これ
はSIMSに関する回答者が少なかったためであろ
う。また、その他でキーワードとして「化学状
態、電子状態の分布」、「非破壊深さ方向分析」が
挙げられた。

3)【質問】下記の分析法（AES、XPS、SIMS）で、
日常使われているなかで「Depth」は何%程度
関係しますか？（例えばAESを使った作業・研
究を100%として）分析法に関わっておられな

いは b (使用していない) を選択して下さい。

入分布、熱拡散



図から分かるようにAESでは7割方深さ方向分析に関係しているが、XPSでは頻度は下がり5割もしくはほとんど「深さ」には関与していないか、である。一方、SIMSは対照的でありほぼ全てが「深さ」に関与している。また、ここでは図示していないが理論的な仕事をされている方では、10%以下および20%以下に各1名の回答があったにすぎない。

II. 手法別での質問について

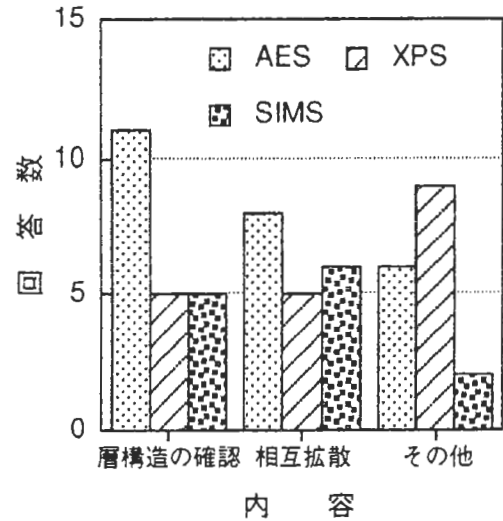
4)【質問】「Depth」に関係されている方は何を調べていますか？ a：層構造（層数、膜厚等）の確認 b：材料の相互拡散 c：その他（キーワードを書いて下さい）

キーワードとして挙げていただいたのは、下記のようなものであった。

AES：(1)汚染層、酸化膜層の厚さおよび組成分布、(2)表面処理・変質・汚染の有無、(3)偏析、(4)界面に存在する化合物の検出

XPS：(1)深さ方向の組成・状態変化、(2)汚染除去のためのスパッタ時間の目安、(3)選択スパッタリング、(4)層間の異元素

SIMS：(1)不純物分布、(2)偏析・欠陥との対応、(3)注

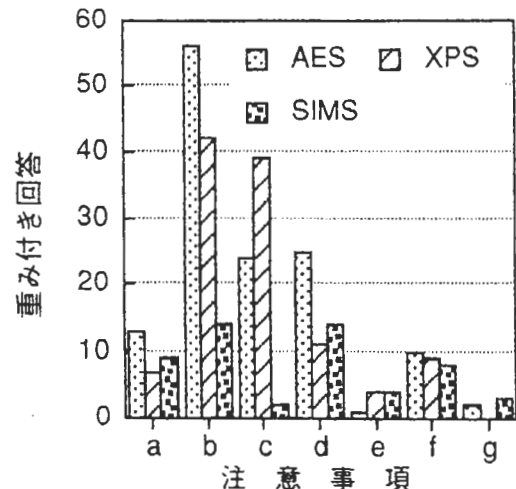


5)【質問】「Depth」に関するデータベースを作られていますか？ a：作っている b：もっていない

AES(回答数14)、XPS(回答数13)、SIMS(回答数6)のいずれの回答も b (DBをもっていない) であった。

6)【質問】「Depth」測定する際に何に注意を払いますか？ 内容的には重複するものがありますが、1番に◎、2番に○、3番に△を付けて下さい。 a：表面荒れの低減 b：スパッタ速度 c：イオン線による組成変化 d：深さ分解能 e：どこまで薄い層が測定できるか f：プローブ、検出器、イオン線 (AES、XPSの場合) の位置 g：その他 (キーワードを書いて下さい)

データの整理上、◎、○、△を各々5、3、1点として分析手法毎にまとめた。



AES、XPSは非常に類似の傾向があり、スパッタ速度、組成変化に注意されていることがわかる。SIMSではスパッタ速度とともに深さ分解能へ注意が払われているようである。また、キーワードとしては次のようなものが挙げられた。AES:スパッタ速度、XPS:スパッタ速度、SIMS:感度・クレータ効果

7)【質問】表面の汚染層、酸化膜層の除去にイオンスパッタリングが用いられることが多いですが、それは「Depth」に関わると思いますか？

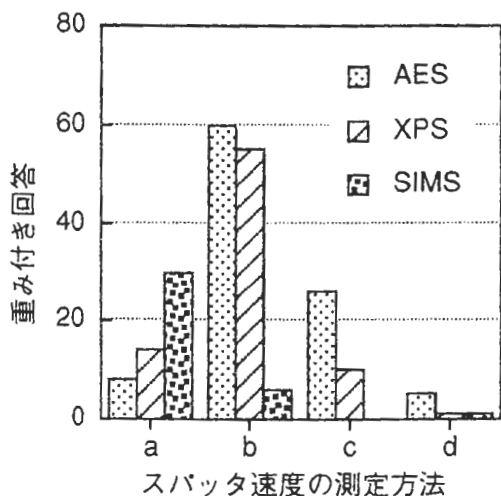
a: 関わる b: 関わない

a: YES b: NO

AES	5	9
XPS	8	6
SIMS	2	4

8)【質問】スパッタリング速度はどのように測定していますか？ 1番頻度が高いのに◎、2番に○、3番に△を付けて下さい。 a: 実試料をある条件で深くまでスパッタして、段差測定する事で求める。 b: 標準試料で換算する。 c: 他の方法(エリプソ、TEM等)での膜厚値を使用する。 d: その他(キーワードを書いて下さい)

データの整理上、◎、○、△を各々5、3、1点として分析手法毎にまとめた。



AES、XPSは似た傾向を示し標準試料での換算が最も多いのに対して、SIMSでは実試料を測定する傾向が高いことを示している。

9)【質問】次の作業をされていますか？されている場合は標準試料として何をお使いですか？実試料を使用される場合は「実試料」とお書き下さい。

い。

9-1) 調整(軸合わせ等)用/イオン銃

a: する(試料は) b: しない

9-2) スパッタリング速度の測定

a: する(試料は) b: しない

9-3) 分解能関数の測定

a: する(試料は) b: しない c: 不明

9-1 a: YES b: NO

AES	14	0
XPS	8	5
SIMS	6	0

AES、SIMSは回答した全ての機関が”a:調整する”であり、深さ方向分析におけるスパッタリング位置の重要性を明確に示している。一方、XPSでは汚染層、酸化層の除去が目的でスパッタを用いている機関が”b:調整しない”を選択したと考えられる。

使用されている標準試料はAESではSiO₂が7件、蛍光板、Ta₂O₅、実試料が各1件、ファラデーカップが3件、XPSではファラデーカップが3件、SiO₂、Ta₂O₅、実試料が各1件、SIMSでは実試料3件、銅メッシュ2件、蛍光板が1件あった。

9-2 a: YES b: NO

AES	13	1
XPS	11	2
SIMS	6	0

AES、XPSでSiO₂が多く使われていることがわかり、これは適当な膜厚のものが入手しやすいことを反映した結果と考えられる。SIMSはほとんどが実試料を用いており、正確さを要求していることもさることながら、スパッタリング速度の測定に適した共通の標準試料が用意しにくいことを示唆するものと思う。

使用されている標準試料はAESでは13件全てがSiO₂、XPSではSiO₂が8件、Ta₂O₅、実試料が各1件、SIMSでは実試料が5件であった。

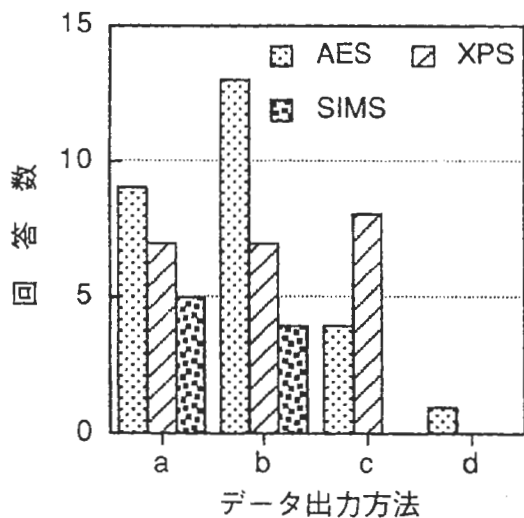
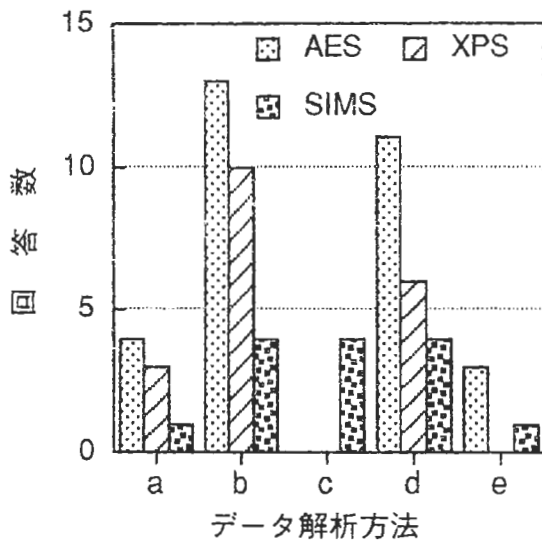
9-3 a: YES b: NO c: unknown

AES	1	12	2
XPS	1	12	0
SIMS	0	6	0

AES、XPSの1機関が測定している以外はほとんどの機関で分解能関数の測定を行っていないことがはっきりわかる。日常分析における重要性が低いと予想される。また2機関がunknownであることから、専門以外の人にはなじみが薄い言葉かもしれない。

10)【質問】データ処理に関して

- 10-1) データの解析はどのように行っていますか？ a: 深さ分解能を読み取る b: 肉眼でプロファイルを相対的に比較する c: プロファイルの面積を求め d: 濃度(組成)を求め e: その他(キーワードを書いて下さい)
- 10-2) デプスプロファイルはどのような形で(何を)出力していますか？ a: 強度プロファイル b: 濃度プロファイル c: ピークプロファイル(形状)の深さ方向分布 d: その他(キーワードを書いて下さい)



10-1: AES、XPSともに目視によるプロファイルの相対的な比較および組成換算データが活用されている。SIMSでは、解析上の扱いとしてプロファイルの面積が求められている。原理的にはAES、XPSでもDepthプロファイルの面積の比較も一手法かと思われるが、実践的には

使われていない。また、回答数の1割弱は分解能を読みとられている。キーワードとしては、AESで相対膜厚、作図による界面幅の決定、因子分析、が挙げられた。

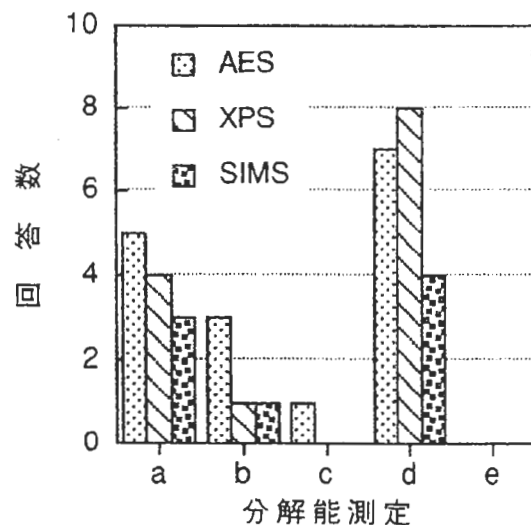
10-2: 強度、組成プロファイルが多く用いられるのは予想通りであった。XPSでは状態分析の観点から、ピーク形状の深さ方向分布が出力されている。

11)【質問】「Depth」データのテキストファイル化は可能ですか？ a: 可能 b: 不可能 c: その他(キーワードを書いて下さい)

	a: OK	b: NO	c: unknown
AES	5	3	6
XPS	8	4	2
SIMS	5	1	0

これまでスペクトルデータの変換で研究会全体が苦勞してきた問題が、あらためてDepthに関して起こることが予想される。またデータの内容が、(エネルギー軸に対する)ピークプロファイル、(スバツタ時間または深さに対する)強度のプロファイルといった具合に多岐に及ぶため従来以上に複雑な様相を呈するだろう。キーワードとして挙げられたのは、未検討、不明、プロッタ信号の取り込み等であり、その他のほとんどは試みてないために回答できないものである。

12)【質問】深さ分解能はどのように測定していますか？ a: 既知の膜厚試料を測定して強度変化の16-84%から求める b: 既知の膜厚試料を測定して強度変化の10-90%から求める c: 既知の膜厚の構造を測定可能か否か d: 深さ分解能を評価していない e: その他(キーワードを書いて下さい)



最も多いのは「分解能を評価しない」という回答で、10-1でも分かったように試料間の相対的な比較で分析結果の報告がされていることと対応する。分解能の定義も、16-84の使用が多い一方、10-90も使われている。これは前者と同様に、機関内でさえ定義が一貫していれば相対的な比較においては問題ないことを意味している。今後、機関間のデータを比較する際には問題になろう。

13)【質問】 お使いの試料で深さ方向分解能を決める最大の要因は何でしょうか？

答えていただいた内容をキーワードとして列挙する。

AES:(1)スパッタリング条件(イオン種、加速電圧、入射角、スパッタ速度、ビーム形状)、(2)測定条件(電子の取り出し角度)(3)イオンと表面との相互作用(還元、面あれ、選択スパッタ、組成によるスパッタ速度の違い、試料の表面状態)、(4)電子線との相乗相互作用(面あれ)

XPS:(1)スパッタリング条件(イオン種、加速電圧、入射角、スパッタ速度、ビーム形状、均一性、ラスタ面積)、(2)イオンと表面との相互作用(還元、面あれ、選択スパッタ、組成によるスパッタ速度の違い、試料の表面状態・結晶性)、(4)X線との相乗相互作用(面あれ)

SIMS:(1)結晶性・粗さ(表面の凹凸)・形状、(2)一次イオンによる表面荒れおよび knock on、(3)イオンの種類、エネルギー

14)【質問】 表面あれはどのように評価していますか？

答えていただいた内容をキーワードとして列挙する。

AES:(1)【最も多い回答】あまり評価していない。必要時にSEM像観察、(2)必要時にAFM

XPS:(1)【最も多い回答】あまり評価していない、(2)必要時にSEM像観察

SIMS:(1)していない、(2)かなりひどい時は、光顕 or SEM、(3)表面荒さ計でクレーター底面をみることがある、(4)SEM、AFM

15)【質問】 最後に depth profilingの問題点を自由にあげて下さい。

答えていただいた内容をキーワードとして列挙する。

AES:(1)表面荒れ、イオン線による組成変化、(2)多層膜ではスパッタ速度が層によって変わってしまう可能性がある、(3)選択スパッタリングの影響、(4)微小領域深さ方向分析、(5)絶縁性の高い層に達した際のチャージアップ、(6)イオン起因による組成の変化。分解能の評価、(7)

表面あれ、選択スパッタ、ロックオンなどの測定上の因子と、試料本来のプロファイルをいかに分離するか、(8)得られた数値を定量的に取り扱う必要のある試料が少ない。日常的には総合的で定性的な取り扱いで十分な試料が多い、(9)プロファイル急峻性が悪いと界面拡散が起こっているのかわからなくなる、(10)長時間測定になると、電子線照射の時間も長くなるため、電子線照射ダメージが観察されることもある、(11)特に導電性の悪いもので、試料ドリフトが発生し、測定したい点からはずれてくることがある

XPS:(1)表面荒れ、(2)イオン線による組成変化、(3)イオン照射による試料損傷、(4)選択スパッタ、(5)チャージアップ補正、(6)還元、(7)試料中のスパッタレート変化、(8)イオン損傷によるピーク形状変化、(9)成功/失敗が最後まで判らないこと、(10)各人の自由度を尊重できるデータ形式、(11)皮膜組成(C、O)が膜中でも消えない、(12)AESに較べ分析面積が比較的大きく、Depthのデータは平均情報となりがち、(13)X線、電子などの固体内への侵入深さ(固体からの脱出深さ)

SIMS:(1)表面荒れによる二次イオン強度の変化、(2)荒れた表面をいかにスパッタするか、(3)イオンビームの低エネルギー化、(4)ロックオンの回避、(5)2~3 μm以上のスパッタで出来る荒れの原因究明、(6)マトリックス効果、(7)最表面の汚染による二次イオン強度の変動、(4)多結晶試料での深さ分解能の低下