X線マイクロビームを用いるナノメーターレベルでの深さ方向分析

<u>辻 幸一</u>^a、早川 慎二郎^b、張 利広^b、山根 一真^b、米谷 紀嗣^a、米澤 義朗^a

⁴大阪市立大学大学院工学研究科、^b広島大学大学院工学研究科

背景: 実験責任者らはこれまで斜出射条件下で の蛍光 X 線分析を継続的に研究してきた。この方 法は蛍光 X 線を試料表面からすれすれの取り出し 角度で測定する方法である。実験配置が全反射蛍 光 X 線分析と類似していることからも分かるよう に、表面敏感な手法である。マイクロ X 線ビーム を励起源として用いれば微小部の表面分析が可 能となる。さらに出射角度を変化させることによ り表面から深さ方向への元素分析も原理的に可 能である。この斜出射 X 線測定とマイクロ X 線測 定を組み合わせれば、表面近傍での3 次元元素分 析が非破壊的に可能となるはずである。本実験課 題ではこの3 次元元素分析へ向けた基礎検討を行 い、面内で μm オーダー、深さ方向で nm レベル の深さ方向分析の実現をめざすこととした。

深さ方向の分析を非破壊的に行うには入射 X 線 のエネルギーを変えるか、励起 X 線の入射角か蛍 光 X 線の出射角を変化させるしかないと思われる。 この中で、マイクロ X 線ビームと組み合わせて、 かつ、汎用的な、つまり、多くの元素に適用でき る可能性を有しているのは、出射角度を変化させ る方法のみである。マイクロ X 線ビーム励起と組 み合わせることによる 3 次元元素分析に関しては 研究例は少なく、基礎検討が必要である。

実験: BL37XUに設置されている X 線分光顕微 鏡の試料ホルダーには入射角や取り出し角を変 化させられる回転ステージが設置されている。そ こで、この機能を利用して試料を回転(傾斜)さ せることにより、取り出し角度を変化させること にした。この回転ステージは 0.001 度の再現性精 度で角度を変化できる。当然、この際には X 線検 出器(シリコンドリフト検出器、SDD)の位置は 固定である。さらに、特定の出射角度での蛍光 X 線強度を測定するために、SDD 近傍に回折 X 線測 定に用いるスリット(50 ミクロン幅)を取り付け た。試料-スリット間距離は 165 mm、スリット-SDD 間は 15 mm であった。測定装置の概略図を図 1 に示す。測定は 10⁻³ Torr 程度の真空中で行な った。

測定した試料はシリコンウエハー上に作成した Ni 薄膜(厚さ約 20 nm, 50 nm)とシリコンウエハー中にドープした As である。As は 2 X 10¹⁶ atoms/cm² でおよそ 30 nm の深さ位置に分布のピークを有するものと、同様に、As が 5 X 10¹⁵ atoms/cm² でおよそ 15 nm の深さ位置に分布のピークを有するものである。



図1 斜出射蛍光X線測定装置概略図

結果と考察: 図2にシリコンウエハー上の Ni 薄膜試料に対する取り出し角度依存性に関する 結果を示す。縦軸は Ni Ka強度である。X 線ビー ムサイズは 0.15 X 0.5 mm であった。いずれのプ ロットでも、ある特定の取り出し角度で Ni Ka強 度が急激に増加している。これは、Ni Ka X 線エ ネルギーの Ni 薄膜上での全反射臨界角に相当す るものであり、図1の簡単な出射角度制御装置で も十分な取り出し角度依存性の測定が可能であ ることを示唆している。

特に、膜厚 50 nm の試料においては臨界角度以 上の角度域で明確な振動構造が観測された。これ は、薄膜内で発生した Ni Ka 蛍光 X 線が Ni/Si 界 面で反射するビームと、また、真空/Ni 表面で屈 折するビームの干渉の結果生じた振動構造であ ると理解される。よって、この振動構造の周期は 膜厚に依存することになり、膜厚が大きいとこの 周期が細かくなり、膜厚が小さいと周期は大きい。 よって、この振動構造を手がかりとして膜厚を正 確に評価することが原理的に可能である。図2で はこの目的のために、理論計算曲線も示している。 残念ながら、完全に一致する計算曲線は得られな かった。これは、観測における立体角の広がりや 実験誤差などの要因に寄ると考えられる。



図 2 Ni/Si 試料に対する Ni Kα強度の取り出し 角度依存性.

図3にはSi中にAsをドープした2種類の試料 に対してAs Ka強度を取り出し角度を変えながら 測定した結果を示す。ドープ量が多い(2 X 10¹⁶ atoms/cm²)試料のほうが当然であるが全体的に大 きな強度として測定されたが、角度依存性は両者 とも似ていたため、その違いを明確にするために、 縦軸の強度に関して規格化を行った結果を図3 には示してる。これらのデーターは5回の測定結 果に対して平均を取ったものである。立ち上がり の部分や極大ピークの形状など有意な違いが観 測された。これら角度依存性に関して理論計算と の比較を行なうことにより[1]、ドープされた As の深さ方向の分布やその量について詳しい知見 が非破壊的に得られると考えられる。



図3 Si に As をドープした試料に対する As Kα 強度の取り出し角度依存性. 強度に関して規格化 して比較してある.

今後の課題: 今回は Spring 8 の BL37XU ビーム ラインで初めて斜出射 X 線測定を行なったわけ であるが、満足のいく結果が得られた。このビー ムラインでは微細 X 線プローブが使用できる利 点を生かして、今後、微小部の深さ方向分析、3 次元分析の研究への糸口としていきたい。

[1] S. Hayakawa, S. Sasaki and Y. Gohshi, *Adv. X-ray Anal.*, **36** (1993) 257-262.