

第23回 表面科学基礎講座

表面・界面分析の応用と基礎に参加して

電気・情報系（電気電子工学科） 山根 康一

1. 研修期間・場所

期 間 平成11年6月30日～平成11年7月2日
場 所 総評会館（東京）

2. 研修目的

表面・界面分析の初心者、若手研究者、技術者を対象に、表面・界面分析の基礎と応用について測定装置や分析手法別に講義を受講し理解を深める。

3. 内容

研修は3日間で15テーマを受講するものであり、受講生、講師共厳しい日程となった。紙面の都合上全てのテーマについての報告は出来ないが、下記に日程と著者に関わりの深いテーマについて報告する。

3.1（第一日目）9：00～17：00

- | | | |
|---------------------|--------------------|--------|
| ・表面・界面分析概論 | 講師：静岡大学電子工学研究所 | 福田 安生 |
| ・電子線回折（LEED、RHEED） | 講師：名古屋大学大学院工学 | 一宮 虎彦 |
| ・X線構造解析（XRD、XAFS） | 講師：日本原子力研究所 | 水木 純一郎 |
| ・電子顕微鏡による構造解析 | 講師：無機材質研究所 | 板東 義雄 |
| ・電子線マイクロアナライザ（EPMA） | 講師：日本電子（株） | 奥村 豊彦 |
| ・電子顕微鏡による微小部分分析 | 講師：日立計測エンジニアリング（株） | 永田 文男 |

電子顕微鏡による微小部分分析の講座より

半導体デバイスの集積度は、微細加工技術の進歩に伴い高集積化の一途をたどっている。半導体デバイスの微細化が進むにつれて、微小部分の分析評価の要求も多く、電子顕微鏡は原子オーダーの微細な構造の分析ができるため期待が大きい。この講座では電子顕微鏡による新素材関係の微小部分分析について講義が行われた。新素材関係の先端材料では敏速な評価が求められる。そのためには前処理（試料作成、表面処理）、分析（高機能SEM、TEM等）、後処理（像、スペクトル解析）を正しく敏速に行わなければならない。特に前処理と分析はやり直しが難しいので特に注意が必要である。先端材料の分析では先端技術の開発競争の観点から敏速な評価が求められる。そこで前処理の手法も新技術を取り入れて敏速に行う必要がある。従来からの試料作成法は試料を適当な大きさにカット後、機械研磨により徐々に薄くするが、この手法では試料

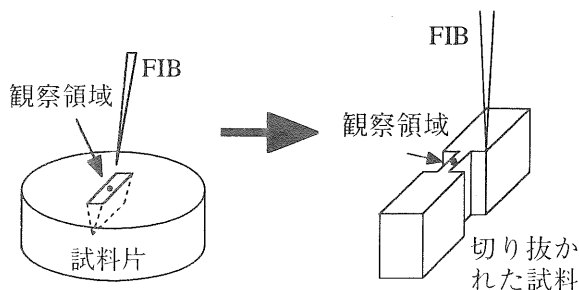


図1 マイクロサンプリング法

作成に数日を要し敏速な分析の足かせとなっていた。そこで現在の最先端の試料作成手法ではマイクロサンプリング法が使われている。マイクロサンプリング法は図1に示すように、FIB (Focused Ion Beam) を用いて必要部分を切り抜き、試料台に取り付けた後、更にFIBで薄くカットする手法である。この手法では試料作成にわずか数時間しか要せず従来に比べて極めて敏速に観察が行える。また、この一連の作業は全て真空中で作業が行われるため、試料表面の汚染が無い点でも非常に有利である。また試料の分析では、電界放大型電子源による低加速高輝度電子プローブを用いることで、光分解能極表面観察、高空間分解能、低電子線損傷、絶縁物観察等に優れた能力を発揮するので分析段階では低加速電圧分析も重要とのことであった。

3.2 (第二日目) 9:00 ~ 16:50

- | | | |
|-----------------------|------------------|-------|
| ・ 走査プローブ顕微鏡 (STM、AFM) | 講師：物質工学工業技術研究所 | 野副 尚一 |
| ・ 赤外分光 (FT-IR)、ラマン分光 | 講師：東レリサーチセンター | 石田 英之 |
| ・ イオン散乱 | 講師：大阪電通大学 | 越川 孝範 |
| ・ 電子分光装置の基礎 | 講師：アルバック・ファイ (株) | 大岩 烈 |
| ・ 測定データの取扱い | 講師：慶応義塾大学理工学部 | 太田 英二 |

走査プローブ顕微鏡 (STM、AFM) の講座より

走査型トンネル顕微鏡 (STM)、走査型原子間力顕微鏡 (AFM) は発明されてから十数年しか経っていない新しい手法の顕微鏡である。この講座では発明の歴史を振り替えながら、これらの手法の原理の講義が行われた。STMは図2のような先端を尖らせたトンネル電流を流す探針、探針及び試料を微動させるピエゾ素子、制御計測装置等からなる。

トンネル電流を精密に制御、計測、解析することにより、試料表面の原子レベルでの情報を得ることが出来る。

図3はRohrerらによって発明されたSTMによるSi(7×7)再構成表面の原子像である。彼らはこれによりノーベル賞を受賞している。図4は最近のSTMによるSi(7×7)再構成表面の原子像であり、装置の進歩は目をみはるものがある。電子の振る舞いには量子力学に従い粒子としての性質の他に波動としての特性を合わせ持っている。

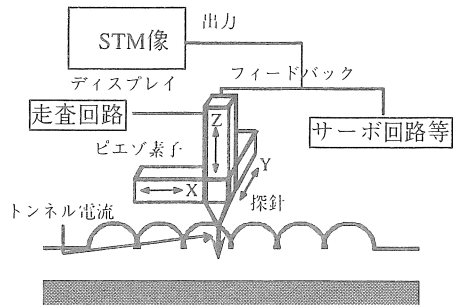


図2 STMの概念図

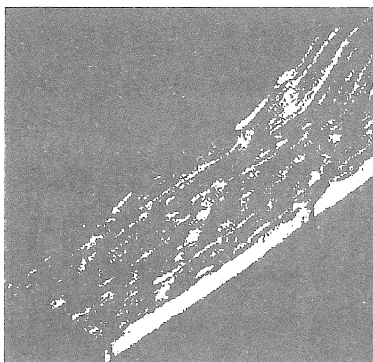


図3 Rohrer 等による初めての Si (7×7) STM 像

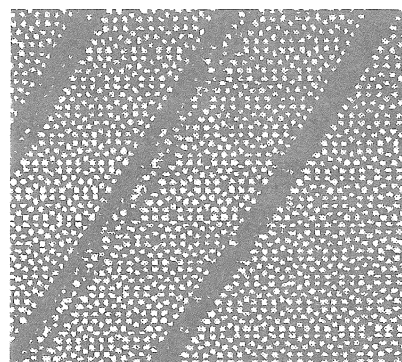


図4 最近の Si (7×7) STM 像

図5はIBMのEigler等によりポテンシャル井戸中の定在波がSTMにより直接観察された像であり、STMを用いた観察の新たな試みであり注目された。原子間力顕微鏡 (AFM) は図6に示すように極弱いバネの先端に付けた原子オーダーの尖りを持つ探針 (カンチレバー) で試料表面を走査し、表面の原子レベルの凹凸をレーザー光の反射で検出するものである。AFMはSTMと比べると比較的簡単に像を得ることが出来る一方でAFM像の理論的解釈は難しいとのことである。例えば、AFMは大気中で動作させるので、測定環境中の湿気により試料表面に水が付着する。すると図7のように水分の毛細管凝縮によりカンチレバーが引き寄せられたり斥力等が働き、得られたAFM像に偽りの情報が乗ってしまう。このようにAFM像の解釈には種々の因子を勘案して総合的に行わなければならないとのことであった。

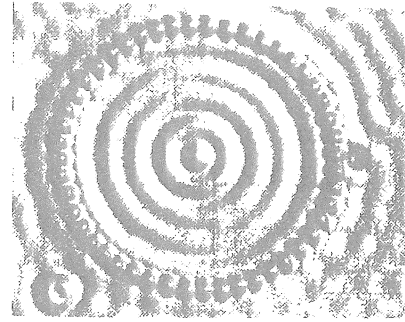


図5 量子の囲い

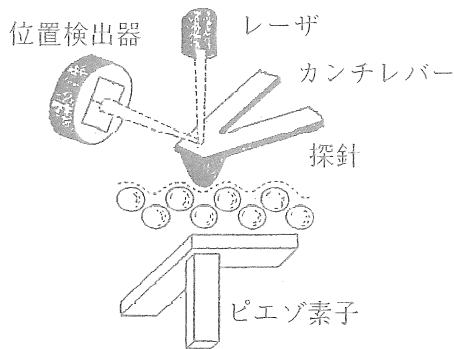


図6 AFMの概念図

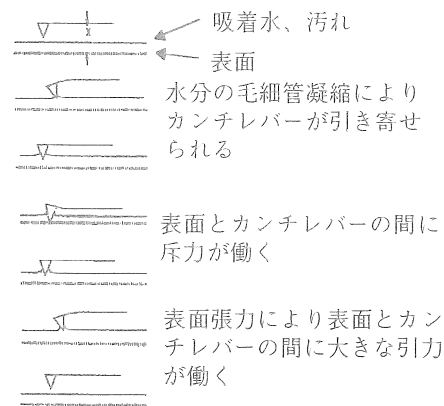


図7 吸着水によるカンチレバーに働く力

3.3 (第三日目) 9:00 ~ 16:50

- ・オージェ電子分光法 (AES) 講師: 金属材料技術研究所 吉原 一紘
- ・X線光電子分光法 (XPS) 講師: ジャパンエネルギー分析センター (株) 田沼 繁夫
- ・二次イオン質量分析法 - Dynamic SIMS - 講師: NTT 物性科学基礎研究所 本間 芳和
- ・二次イオン質量分析法 (S-SIMS) 講師: 成蹊大学工学部計測数理工学科 工藤 正博
- ・総合討論・まとめ 主催者司会

オージェ電子分光法 (AES) の講座より

オージェ電子分光法 (AES) は、細く絞った電子線を固体表面に照射し、発生するオージェ電子のエネルギーと強度を測定することにより、固体表面に存在する元素の種類と量を同定する方法である。Augerによって発見されたオージェ電子は図8で示すような機構により真空中に放出される二次電子である。試料表面に入射プローブとして電子線等をあてると図8に示すように試料の内殻準位 (K殻) に空準位が出来る。そしてこの空準位を埋めようとして上のレベル (L1殻) に存在する電子が落ちる。この時のエネルギー差は特性X線として放出されるか、または他のL2殻の殻電子に与えられ、その電子がオージェ電子として原子外に放出されることになる。

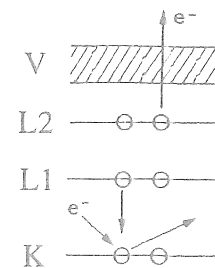


図8 オージェ電子の発生過程

試料の微小部分を解析しようとするとき、入射電子線をより細くし、強度をあげる必要がある。しかし、このようなとき試料によっては電子線による照射損傷が生じオージェスペクトルの解釈に大きな影響を与えることがあるので注意が必要であるとのことであつた。図9はその一例であるが、アルミナの電子線による分解例を示す。このスペクトルでは2keVの電子線の照射により酸素が解離し、照射を続けると金属状態のアルミニウムに対応するピークが現れたものである。表面から内部に向かって組成が変化する材料の分析を行うことがしばしばあるが、このような試料を分析する方法として角度依存性を利用する方法と表面にアルゴンイオンを照射して、表面層をはぎ取りながら分析する方法について紹介された。電子の角度依存性を利用する方法では検出器を置く方向によって、検出深さが異なることを利用したものである。図10に示すように検出器の方向を試料表面に垂直な方向から斜め方向に変化させることにより脱出深さ λe が小さくなり、より表面に近い情報を得ることが出来る。イオンスパッタリングを利用する方法は試料の深さ方向の分析にイオンスパッタリングにより表面を削り取る方法である。スパッタリングは試料表面の清浄面を出すためにも通常用いられている。深さ方向の分析に用いる場合、スパッタリングによって試料表面はすり鉢状に研磨され、いわばクレーター状の研磨面となっているので、測定点はイオンビームが研磨している中心部に正確に合わせなければならないとのことであつた。

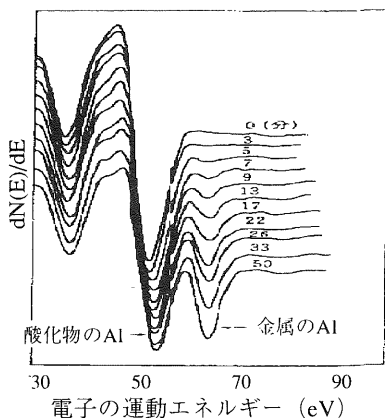


図9 Al₂O₂が電子線照射により変化し金属状態のAlが出現する様子

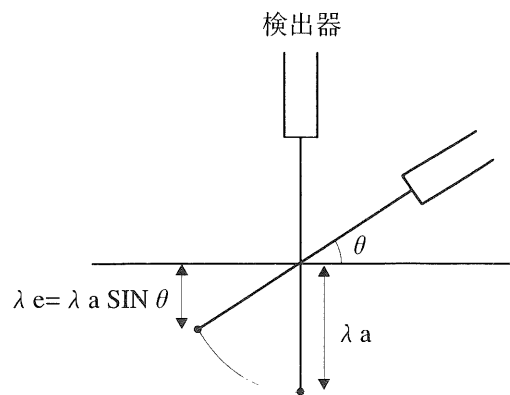


図10 角度依存による分析深さ

4. 所感

本講座は表面・界面分析の初心者、若手研究者、技術者を対象にしたものであり、受講生は企業の研究機関からの参加者が多かった。講義の内容は多義に渡つたものであつたが、各講義では基本原理を中心に解説しながらも、各測定機器の分析ノウハウや初心者が初めにとまどう事柄などについて説明が付け加えられるなど現場の者に対して即戦力を付けるための講座でもあつた。また各講座では、よりよい試料制作が重要であると繰り返し強調された。分析機器が優れていても汚れた試料や不要な領域が多く残っていると分析結果に大きな相違が出てくるので特に注意が必要なのである。本講座では表面分析機器の数々について講義がおこなわれた。著者には文献などでその名前を知る程度の装置も多数あり、見聞を深めるのに絶好の機会となり有意義な3日間の研修であつた。