

Ar-GCIBを用いたX線光電子分光分析技術(XPS)のご紹介

はじめに

X線光電子分光分析(XPS, ESCA)は、表面数nm深さの元素分析、定量分析、状態分析が可能な表面分析手法です。Arイオンスパッタリングを併用することにより、表面汚染層の除去や深さ方向分析も可能です。当社保有アルバック・ファイ社製VersaProbe III(写真1)は、真空中に導入可能であれば、有機物・無機物、絶縁物・導電物を問わず幅広い材質の試料が測定可能で、表面分析の主力装置の一つです。しかし、試料内部を測定する際、Arイオンスパッタリングを実施すると、材質によっては結合状態が壊れて、真の情報得られないという問題がありました。

今回は、この問題を低減する手法の一つとして近年普及してきた、Ar-GCIB(アルゴンガスクラスターイオンビーム)を用いたXPS分析事例についてご紹介いたします。

Ar-GCIBとは

(1) 原理

高圧のノズルの穴よりArガスを噴出させると、断熱膨張による過冷却現象によってArのクラスターが形成されます。このクラスターに電子を照射し、イオン化することにより、イオンビームとして用います。

(2) Arイオン銃との違い

従来の単原子Arイオンでスパッタリングを実施すると、図1の左に示すように、基材の奥深くまでイオンが打ち込まれてしまい、原子間の結合に損傷を与えてしまいます。有機化合物の場合はグラファイト化してしまうなどスパッタリングによる深さ方向分析は不可能で、主に無機化合物の深さ方向元素分析として評価に用いられています。

一方、クラスターイオンを使用すると図1の右に示すように、1原子あたり1~20eV程度の超低エネルギーでスパッタリングされるため、損傷は表面のみとなり、有機化合物の深さ方向分析が可能となります。また、平滑にスパッタできる特徴があるため、より高い深さ分解能が得られます。

(3) 活用法

上記クラスターイオン銃の特徴を生かして適用される分析項目を以下に示します。

・有機材料の深さ方向分析

→より低損傷で、深さ分解能の高い測定が可能

・有機系汚染物質のクリーニング除去

→1原子あたりのエネルギーが極めて低いため、金属表面に損傷を与えることなく、表面の有機系汚染物質除去が可能

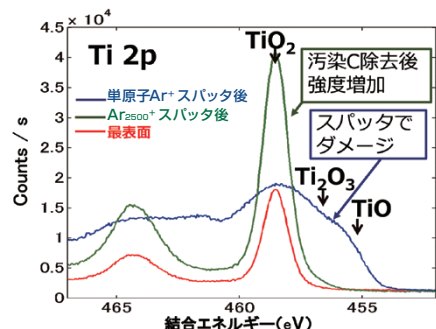


図4 TiO₂膜クリーニングスパッタ前後でのTi2pピーク



写真1 装置外観 VersaProbe III

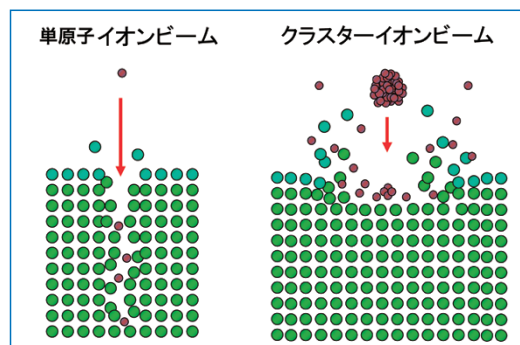


図1 単原子イオン銃との比較

測定事例のご紹介

・有機材料の深さ方向分析

図2は、各イオン銃を用いたSiウエハ上に300nm成膜されたPMMAのXPS深さ方向分析結果を示します。クラスターイオン銃では、Oピークが試料内部でも検出され、図3に示すC1sピークの深さ方向分析結果ではC=O(-O)結合ピークが化学状態を保持しているのに対し、単原子銃を用いた場合は、試料内部ではOピークがほとんど検出されず、Cはグラファイトに変化して検出されています。この結果より、Ar-GCIBでは低損傷スパッタリングにより有機材料の深さ方向分析が可能であることがわかります。

・有機系汚染物質のクリーニング除去

図4はTiO₂膜クリーニングスパッタ前後でのTi2pピークを示します。単原子Ar⁺スパッタ後ではダメージが生じていますが、クラスターイオン銃では表面汚染元素(吸着汚染カーボン等)除去後においても、目的のTi表面の状態に変化はなく、ダメージなくクリーニン

グできたことが確認されました。

おわりに

当社保有のVersaProbe IIIは、Ar-GCIBに加えて、測定位置観察用の電子銃が搭載されており、測定箇所を正確に狙った測定が可能です。また、高感度の検出器を搭載しており、従来の機種より微量な元素や化合物が測定できます。さらに、表層から数十nm以上の深さの試料内部の分析法として、他の分析法(HAXPES, SAICAS法等)も提案させていただいております。ご必要の際にはお気軽にご相談下さい。

お問い合わせ先

尼崎事業所 解析技術部

速水 弘子

TEL: 06-6489-5777

FAX: 06-6489-5958

E-mail: hayamizu-hiroko@nsst.jp

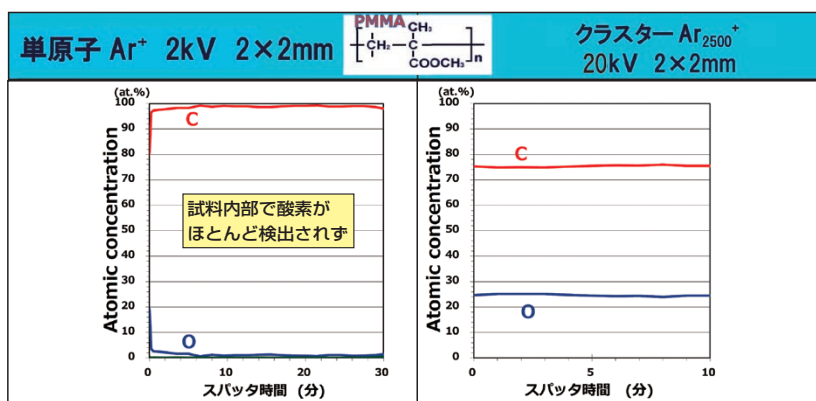


図2 PMMAの深さ方向分析結果(表面~基材 Si ウエハまで)

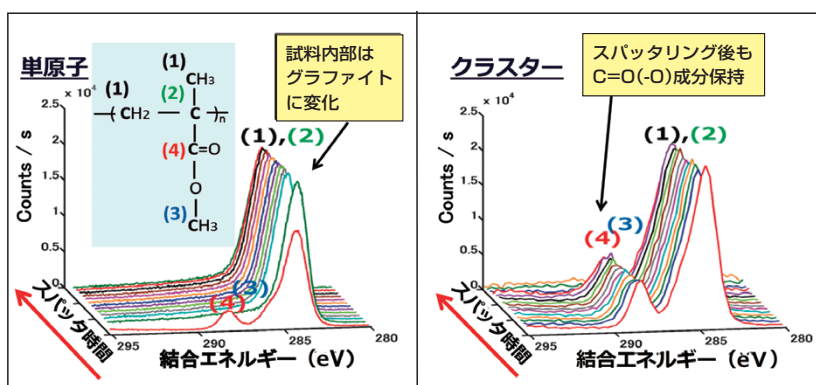


図3 PMMAの深さ方向でのC1sピーク