

標準化

ISO/TC201/SC4: Depth Profiling の活動経過と現状 Activity and Current State of ISO/TC201/SC4: Depth profiling

NTTアドバンステクノロジー 鈴木 峰晴

NTT Advanced Technology Corporation, Mineharu Suzuki

(2001年5月11日受付)

The activity of ISO/TC201/SC4 is reported in this presentation, and two ISO drafts (ISO14606 and ISO/Guide15969) are introduced. The CRM (certified reference material) of GaAs/AlAs superlattice has been developed under the relationship with ISO14606 and certified by the national institute in Japan, and everyone can get it as one of the standard samples.

1. ISO/TC201/SC4: Depth Profiling の位置づけ

ISO/TC201 は、表面化学分析 (SCA: Surface Chemical Analysis) に関する国際標準化活動の母体であり、分析技術としては AES, XPS, SIMS の他に TXRF, GD-OES をカバーするとともに、データ・マネジメント、取扱技術といった分析技術によらない共通要素を扱っている。TC201/SC4 は後者に属し、深さ方向分析 (Depth Profiling) を扱っている。AES, XPS は原理的にはイオンビームを必要としないために、原則的にはそれらを扱う SC5&7 ではイオンスパッタリングに関しては議論されない。

国際的には、SC4 は SC5&7 および SIMS を扱う SC6 とは、強い関係を持ちつつ独立に運営されている。ただ実用上、イオンスパッタリングを全く使用しない AES, XPS 分析はあり得ないし、SIMS に至ってはイオンビームがなければ分析そのものが成り立たない。したがって、日本国内では、昨年度から SC4 に関わる活動は SC5&7 および SC6 と同一メンバー

で行うこととし、より効率的な進め方としている。

2. 経過

「単層構造および多層構造試料を用いたイオンスパッタリング条件の最適化」という内容で、日本提案のドラフトが数年にわたり議論され、昨年 ISO14606 として成立し、年内には邦訳された内容が JIS として成立される運びとなっている。ここでは、AES, XPS, SIMS で正しい深さ方向分析を行うためのイオンビームに関するパラメータ (加速電圧, 入射角度, 分析領域との相対位置関係, 等) が分かりやすく記述され、パラメータを最適化するのに必要な種々の標準試料が紹介されている。

また昨年は、通常横軸が時間単位で表示される深さ方向分析の結果を距離 (深さ) 単位のプロファイルに変換するために重要な位置づけとなる「スパッタリングで形成されたクレーターの深さ測定法」と題されたガイドラインも成立している。本ドラフトでは、深さ計測法としての光干渉法、触

針式段差計、深さ方向にマーカを有する標準試料を用いる方法の他に、化学分析を含めた種々の深さ（厚さ）評価法が紹介されている。しかし標準の手順という観点からすると、各手法の記述が不十分なため、触針式段差計を用いた深さ計測、標準試料を用いる深さ評価に関しては個別のドラフトが策定されることとなっている。

3. 現状

先に述べた ISO14606 では、標準試料を用いてパラメータの最適化をはかることになっており、単層系では、 Ta_2O_5/Ta (BCR-261), SiO_2/Si (NIST SRM 2531-2536) が、多層系では Ni/Cr (NIST SRM 2135), Ta_2O_5/Ta (KRISS 03-04-01), $GaAs/AlAs$ (NIMC) が国家認証標準試料として紹介されている。ここでは、日本が責任を有する $GaAs/AlAs$ 超格子膜について述べる。

ドラフトの成立と並行して、平成 10 年度「即効的知的基盤整備」の一環として、超格子 $GaAs/AlAs$ 標準物質作製条件、特性値付与試験方法、RRT（ラウンドロビン試験）によるバラツキ評価、を実施した。

まず、AES, XPS, SIMS による深さ方向分析でイオンビームパラメータを評価できる薄膜構造 ($[GaAs: 25\text{ nm}/AlAs: 25\text{ nm}] \times 2 / GaAs$ 基板) の条件を確定し、それを形成するための MOCVD (有機金属気相成長) 法の成長条件を明確にした。次に、3 種類の分析法による RRT および厚さ・界面の平坦性評価のための TEM 観察、表面の形態観察のため

の AFM 観察を行った。SI 単位にトレーサブルな値付けをするためには、X線反射率測定を行い TEM 格子像ともよい相関が得られることを確認した。

これらの検討を踏まえて、工業技術院 物質工学工業技術研究所（現：独立法人 産業技術総合研究所）が X線反射率から各膜厚を決定した認証標準物質（物質工学工業技術研究所 認証標準物質 NIMC CRM5201-a）が頒布されることとなった。ある試料（大きさ： $10 \times 10\text{ mm}^2$ ）の認証値は、表面から $GaAs: 24.36 \pm 0.40\text{ nm}$, $AlAs: 22.44 \pm 0.20\text{ nm}$, $GaAs: 23.23 \pm 0.33\text{ nm}$, $AlAs: 22.51 \pm 0.29\text{ nm}$ というようになっている。

4. まとめにかえて

ISO/TC201/SC4 でこれまでに策定が完了したドラフトに関して概略を紹介した。また、表面化学分析では、我が国では初めての認証標準物質が手にはいるようになったことを報告した。表面分析に係わる機関で広く利用されることを期待したい。また、TC201/SC4 では今後スパッタ深さの測定法に係わる標準策定が進められることになるが、本研究会会員からあげられる声を吸収したものにできればよいと考えている。