

**解説**

**ISO TC201 表面化学分析の現状と動向**  
ISO TC201 (Surface Chemical Analysis) SC6 の活動について  
(二次イオン質量分析法)

林 俊一

新日本製鐵(株)先端技術研究所、千葉県富津市新富 20-1

(2002年3月4日 受理)

ISO TC201 (Surface Chemical Analysis) SC6 の活動について報告する。シリコン中に均一に分布するボロンの定量法、深さ方向分布定量化法、超浅接合の評価法の規格化へと広がりを見せている。

**The Present Status and Trend of ISO TC201 on Surface Chemical Analysis**  
- Report for activity of ISO TC201/SC6, Secondary Ion Mass Spectrometry -

Shun-ichi Hayashi

Nippon Steel Corporation, Advanced Technology Research Laboratories

20-1 Shintomi, Futtsu, Chiba, 293-8511, Japan

(Received: Mar 4, 2002)

The activity of TC201 SC6 concerned with SIMS is reported. So far these activities have been spread from quantification of boron, which exists homogeneously in silicon, and depth profiling to the evaluation of shallow junction. Our Japanese members have been keeping very high activity to make a new project.

1. 緒言

ISO TC201/SC6 では、産業上の重要性を優先しつつ、本間主査の強いリーダーシップの下で、二次イオン質量分析法に関する規格の作成を進めている。

これまでの活動では、1 件の ISO 規格とその他以下のような成果が上がっている。

1. ISO 14237 Surface chemical analysis

Secondary-ion mass spectrometry – Determination of boron atomic concentration uniformly doped materials-

2. ISO/PRF(FDIS) 17560 Surface chemical analysis

Secondary-ion mass spectrometry – Method for depth profiling of boron in silicon-

3. ISO/CD 18114 Surface chemical analysis

Secondary-ion mass spectrometry –  
Determination of relative sensitivity factors from ion-implanted reference

4. ISO/CD 20341 Surface chemical analysis

Secondary-ion mass spectrometry –  
Method for estimating depth resolutions with delta multi-layer reference materials-

また、日本は現在、シリコン中のヒ素の深さ方向分布の定量評価法の提案を準備中であり、Study Group を立ち上げたところである。また、日本国内でのラウンドロビンテストを既に終了し、ドラフトに明記するべき測定手順書の内容につ

いて固めつつある[1]。

シリコンウエハにとって、ボロンは典型的なドパント元素であり、その定量評価法の標準化は重要な案件である。また、定量評価すべき濃度レベルは、ppb から ppm、あるいは超浅接合では%オーダまで広い濃度範囲をカバーできる定量化法を提案する必要がある。

我々は、規格化案の提案内容をドラフト化して行く中で、国内ラウンドロビンテストを実行し、定量化の課題の抽出を行った。その結果、今回の定量化の問題点として、(1)同位体  $^{10}\text{B}$ ,  $^{11}\text{B}$  の濃度変換の問題点 (検出確率の違い、検出効率を変化させた場合の問題点)、(2)定量化の濃度変化 (希釈限界、マトリックス効果) など大きな課題が顕在化した。

(1)本規格の Standard Reference Material (SRM)として、NIST2137の  $^{10}\text{B}$  を用いることを前提にしている。 $^{10}\text{B}$  は、放射化分析により定量化することで、ウエハ中に存在する  $^{10}\text{B}$  の絶対量を調べることができ、SIMS で得られる二次イオン信号量を絶対濃度と変換することができる[2]。従って、NIST/SRM の SIMS 深さ方向分析結果により得られた  $^{10}\text{B}$  の感度係数を  $^{11}\text{B}$  に当てはめて計算し直す必要がある。しかし、自然同位体比  $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$  は、として知られているが、それを用いた補正では十分ではない。これは、 $^{10}\text{B}$ 、 $^{11}\text{B}$  の SIMS の検出効率が等しくないためである[3]。加えて、ボロンを検出する際に、検出器の感度を適当な条件に設定しないと、 $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$  の検出効率は、自然同位体比と懸け離れた値を示すことがわかっている[4]。検出器が適切な感度係数を示す条件において、 $^{38}(^{10}\text{BSi})$ と  $^{39}(^{11}\text{BSi})$ を検出することで同位体比をより正確に求めることができ、マスディスクリミネーションを排除することができる[5]。

(1) 高濃度のボロンを含むシリコン層はマトリックス効果が現れることがわかってきた。その濃度は、数%オーダであり、ISO14237 の濃度

の規定範囲は  $10^{20}\text{atoms}/\text{cm}^3$  までとしている[6]。

(2)(1)で求めたボロンの定量評価法と触針式および光学式のクレータ深さをを用いて、深さ方向分布を定量化する規格を作成した。国内ラウンドロビンテストでは、イオン注入標準試料の SIMS 分析およびクレータ深さの分析を行った。その結果、クレータ深さについての誤差は3%程度であることがわかった[7]。

D. Moon から Method for estimating depth resolutions with delta multi-layer reference materials- が提案され、デルタドープの積層構造を持つ標準試料を用いた超浅接合の評価を最終的な目標とする動きが出てきている。しかし、深さ方向分解能を低下させる原因は多岐にわたり、Factor analysis を行わなう必要がある。則ち、用いるイオンビーム種、加速電圧、入射角度、用いる試料などが違えば、深さ方向分解能は大きく変化する。

ISO TC201/SC6 では、シリコンデバイス中の超浅接合評価にターゲットを絞り、国際規格共同開発調査 (NEDO 採択: 半導体の深さ分析法検討調査委員会) の活動と連携し、広範な活動を展開中である。超浅接合の評価技術は、現在活発に研究されている段階ではあるが、高集積デバイスの開発に必要性の高い現在において規格を作成することが最も規格を有効利用する機会であると考えられる。我々は、その可能性を含め検討を行っているところである。竹中らの持つイオンスパッタ蒸着法により作製したデルタ多層膜を用いて、その深さ方向分解能を評価するとともに、深さ方向分解能を劣化させる因子を抽出する試みを行っている。

これまで、S. Hofmann の提案している MRI モデル (Mixing-Roughness-Information depth)[8]を用いた評価を実施中である。

SIMS XIII (平成 13 年 11 月 11 日・16 日) におい

る関連発表は、以下の通りである。

“Fabrication of Delta-Boron-Nitride/Silicon Multilayers for the Evaluation of Depth Resolution in SIMS”

H. Takenaka et. al.

“Evaluation of SIMS Depth Resolution Using Delta Multi-layers and Mixing-Roughness-Information Depth Model”

Takano et. al.

“SIMS Study of Depth profile Delta-Doped Boron/Si Alternating Layers by Low Energy Ion Beam”

S. Hayashi et. al.

“Development of a compact Floating Type Low Energy Ion Gun for High resolution Sputter Depth Profiling”

M. Inoue et. al.

“Multiple As Delta-Layer Si Thin Films for SIMS Quantification and Depth Scale Calibration”

S. B. Cho et. al.

1997),p681.

[4]S. Hayashi et. al., in *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS X*, ed. By A. Benninghoven, B. Hagenhoff, and H. W. Werner, (Wiley, Chichester, 1997),p661.

[5] ISO 14237 Surface chemical analysis Secondary-ion mass spectrometry – Determination of boron atomic concentration uniformly doped materials-

[6] F. Toujou, in *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS XII*, ed. By A. Benninghoven, P. Bartrand, H. -N. Migeon and H. W. Werner, (Elsevier, Amsterdam, 2000), p101.

[7]Y. Okamoto et.al., *J. Surface Anal.*, 5,26(1999).

[8]S. Hofmann, *Surf. Interface Anal.*, 21, 673(1994).

今後、デルタドーブ試料の作製条件を最適化し、低速イオンビームと固体表面近傍でのスパッタ挙動を明らかにし、表面近傍におけるスパッタ率の非線形性を定量的に把握することで、超浅接合におけるボロンの定量分布評価技術を確認するとともに、規格化を進めていく予定である。

#### 参考文献

[1]M. Tomita et.al., *App. Surf. Sci.*, to be submitted.

[2]D. S. Simons, in *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS IX*, ed. By A. Benninghoven, Y. Nihei, R. Shimizu and H. W. Werner, (Wiley, Chichester, 1994),p140.

[3]Y. Homma et. al., in *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS X*, ed. By A. Benninghoven, B. Hagenhoff, and H. W. Werner, (Wiley, Chichester,