

深さ方向分析におけるイオンスパッタリング
収率の測定

© 1991 ISIJ

論 文

鈴木敏子*・広川吉之助*²・福田安生*³・鈴木堅市*⁴・橋本 哲*⁵
薄木智亮*⁶・源内規夫*⁷・吉田鎮男*⁸・甲田 満*⁹・瀬崎博史*¹⁰
堀江 浩*¹¹・田中彰博*¹²・大坪孝至*¹³

Measurement of Ion Sputtering Yields for In-depth Profiling Analysis

Toshiko SUZUKI, Kichinosuke HIROKAWA, Yasuo FUKUDA, Kenichi SUZUKI, Satoshi HASHIMOTO,
Nariaki USUKI, Norio GENNAI, Shizuo YOSHIDA, Mitsuru KODA, Hiroshi SEZAKI,
Hiroshi HORIE, Akihiro TANAKA and Takashi OHTSUBO

Synopsis:

This article reports the results obtained in the second phase of the joint research for ion sputtering, conducted by the Surface Analysis Subcommittee of the Iron and Steel Analysis Committee, the Joint Research Society of ISIJ. Various effects on sputtering yields were studied in detail and the sputtering yields for Ni and Zn were determined by analyzing the results of an in-depth profiling of electrodeposited steels with Auger electron spectrometers. Ar^+ ions were used as the bombarding ion species and a Faraday cup, which had a small hole for the ions to pass through in the center of an upper plate over a cup, was used to measure the electric current of incident ions. To calculate the ion current density, a correction for the effective transmittance efficiency of the hole was carried out in consideration of the cross-sectional shape of the hole. The sputtering yields determined in each laboratory by using this correction agree well with each other and show smaller scatter compared with those obtained in the previous phase. The angular dependence and energy dependence of the sputtering yields for Ni and Zn were also clarified.

We, therefore, propose the standard procedure of ion sputtering for in-depth profiling analysis, including methods to measure the ion current, to calculate the ion current density, to optimize the sample position and to tune the lenses of the ion gun.

Key words: surface analysis; depth analysis; AES; XPS; sputtering.

1. 緒 言

日本鉄鋼協会共同研究会・鉄鋼分析部会表面分析小委員会は、その研究成果を「金属の表面分析の現状と課題」¹⁾²⁾としてすでに報告した。本論文は同委員会の第

二期の一連の共同研究(イオンスパッタリング、オー
ジェ電子分光法(AES)定量分析, AES状態分析, 光
電子分光法(XPS)状態分析, XPS定量分析, 二次イ
オン質量分析法(SIMS)による極表面分析)のうち、イ
オンスパッタリングに関する研究成果を報告するもので

平成3年2月20日受付 (Received Feb. 20, 1991)

- * 川崎製鉄(株)分析物性研究センター (Analysis and Material Science Research Center, Kawasaki Steel Corp., Kawasaki-cho 1, Chiba 260)
- *² 東北大学金属材料研究所 工博 (Institute for Materials Research, Tohoku University)
- *³ 静岡大学電子工学研究所 理博 (Research Institute of Electronics, Shizuoka University)
- *⁴ 新日本製鉄(株)先端技術研究所 (Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)
- *⁵ NKK 鉄鋼研究所 (Steel Research Center, NKK Corporation)
- *⁶ 住友金属工業(株)鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)
- *⁷ (株)コベルコ科研 工博 (KOBELCO Research Institute, Inc.)
- *⁸ 大同特殊鋼(株)中央研究所 (Central Research Laboratory, Daido Steel Co., Ltd.)
- *⁹ 日新製鋼(株)鉄鋼研究所 工博 (Steel R & D Laboratories, Nisshin Steel Co., Ltd.)
- *¹⁰ 日立金属(株)冶金研究所 (Metallurgical Research Laboratory, Hitachi Metals Ltd.)
- *¹¹ 九州電子金属(株)半導体研究センター (Semiconductor Research Lab., Kyushu Electronic Metal Co. Ltd.)
- *¹² アルバックファイ(株) 工博 (ULVAC-PHI Incorporated)
- *¹³ (社)日本鉄鋼連盟 工博 (The Japan Iron & Steel Federation)

ある。本件に関する共同実験には、新日鉄第一技研、NKK 鉄鋼研、川崎製鉄技研、住友金属鉄鋼技研、コベルコ科研、日新製鋼鉄鋼研の 6 分析所が参加した。

AES や XPS では、イオン衝撃によるスパッタリング現象を利用した深さ方向分析が一般的となっている。この方法によれば、スパッター時間に対する表面構成元素や化学種の深さ方向の濃度変化が直接求まるが、実用的な見地からはスパッター時間をスパッター量（深さまたは付着量）へ変換することが求められる。この変換を行うためには、スパッタリング速度の正確な制御とともにスパッタリング収率（スパッターされる原子の数/入射イオンの数）の正確な把握が必要になる。

スパッタリング現象に関しては、多くの解説がなされており、古くからの実験データも蓄積されている^{3)~6)}。これらの多くは比較的高い電流量でイオンを試料に垂直に照射し、イオン電流値とスパッター時間から換算される全入射イオン量およびスパッタリング前後の試料の重量差（スパッターされた試料の重量）から、スパッタリング収率を求めている。

一方、近年の AES や XPS では、装置内の空間的な制約からイオンを試料に斜めに照射したり、深さ方向分解能を向上させるためにイオンビームを走査し、イオン照射領域の中央部の平坦にスパッターされる領域のみからのオージェ電子や光電子の信号を測定することが多い。この場合、深さ方向分析の測定データの一貫性を保証するためには、イオン照射領域のうち測定に関与する部分のみのイオン量の把握が必要である。これらの理由により入射イオン量の測定が難しいうえに、スパッタリングによる試料重量の減少量が微小なためその測定が不可能である。このためスパッター時間からスパッター量への変換に必須なスパッタリング速度の制御やスパッタリング収率の測定は必ずしも容易ではない。

以上のような背景のもとで、第一期の共同実験ではスパッタリング収率を正確に求める方法の確立を目的として AES による一連の実験を行ったが、本来一意的であるスパッタリング収率が分析所間でかなり異なり、上記

の変換には表面層厚さが既知の標準試料であらかじめ求めた相対的なスパッター速度が必要であった¹⁾⁷⁾。これは、分析所ごとにイオン電流の測定方法がまちまちでイオン電流密度の絶対値の把握が不十分であったこと、イオンエネルギーとイオン入射角度の影響の補正が不十分であったことなどのためと考えられる。そこで今回は、スパッタリング収率に影響を及ぼす種々の因子についての詳細を把握した上で、条件によらず高い精度でイオン電流密度を測定する方法を提案し、スパッタリング収率測定方法の標準化を図ることを目的として AES を用いた実験を行った。スパッタリング収率は、前回と同様に厚さの既知なめっき試料の深さ方向分析結果を解析して算出した¹⁾⁷⁾。各分析所で得られた結果を所間および文献値と比較し、本提案法の妥当性を評価した。

2. 実 験

2.1 供試材

平滑な鋼板に Ni および Zn を均一にめっきした試料を用いた。めっき試料の作製、めっき付着量の分析、めっき付着量の均一性の確認は前回と同様に行った¹⁾⁷⁾。Table 1 にめっき付着量の化学分析結果を示す。

2.2 スパッター条件

前回と同様に Ar^+ イオンを用い、イオンエネルギーは 3, 4, 5 keV（一部変更）に統一した。一方、イオンの入射角度は各分析所ともほぼ同一（52.9° または 54.8°）であり、各分析所のデータをもとにスパッタリング収率のイオン入射角度依存性を求めることは困難なため、分析所 D でスパッタリング収率のイオン入射角度依存性を把握する実験を行い、その結果を用いて他所のデータを補正することとした。なお分析所 B, C, E, H（グループ I）では、ファラデーカップ基板面と試料

Table 1. Coating weights of plated layers obtained by chemical analysis.

Element	Coating weight (g/m ²)
Ni	2.1
Zn	11.4

Table 2. Experimental conditions in each laboratory.

Laboratory	Apparatus	Ion energy (keV)	Angle of incidence of ions (deg.)		Ion current density (A/cm ²)*	Scanning or point mode	Ion current meter
			Specimen	Faraday cup			
B	PHI 600	2, 2.5, 3.4, 4.5	54.8°	54.8°	5~20×10 ⁻⁴	Scanning	Internal
C	PHI 600	3, 4, 5	54.8°	54.8°	1~2×10 ⁻⁵	Scanning	External
D	PHI 595	2, 3, 4, 4.5	52.9°	33.1°	3×10 ⁻⁵	Scanning	External
E	PHI 600	3, 4, 5	54.8°	54.8°	1×10 ⁻⁴	Scanning	Internal
F	PHI 590	3, 4, 5	52.9°	33.1°	4×10 ⁻⁵	Point	External
H	PHI 610	3, 4, 5	54.8°	54.8°	5~6×10 ⁻⁴	Scanning	External

* The value for the transmittance efficiency is assumed to be unity.

の分析面が平行で、これらの面のイオン入射角度は 54.8° であった。一方、分析所 D, F (グループ II) ではそれらが平行ではなく、イオン入射角度はそれぞれ 33.1° , 52.9° であった。

各分析所の測定条件の詳細を Table 2 に示す。

2.3 イオン電流密度の測定

一般にイオン電流量は、イオン照射に伴う試料からの二次電子放出を抑制するために、試料にバイアス電圧をかけるかイオンビーム径より十分大きい径のファラデーカップを用いて、試料電流として測定する。いずれも試料に照射される全イオン量を測定するため、イオン照射領域の中央部のみのイオン電流密度を正確に把握する必要のある近年の AES や XPS には適用できない。そこで本実験では、このような測定が高い精度で可能なように、イオン走査面積に比べて十分小さいイオン入射孔をもつ天板をそなえた商用のファラデーカップを用いた。ファラデーカップの断面構造を Fig. 1 に示す。天板表面に照射されたイオンのうちイオン入射孔を通過したイオンのみが、碍子によって絶縁された中空カップに集め

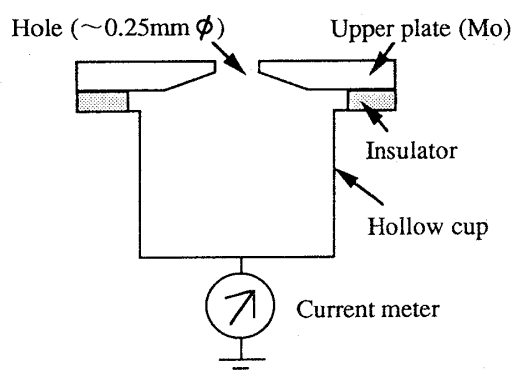


Fig. 1. Cross-sectional view of the Faraday cup used in this work.

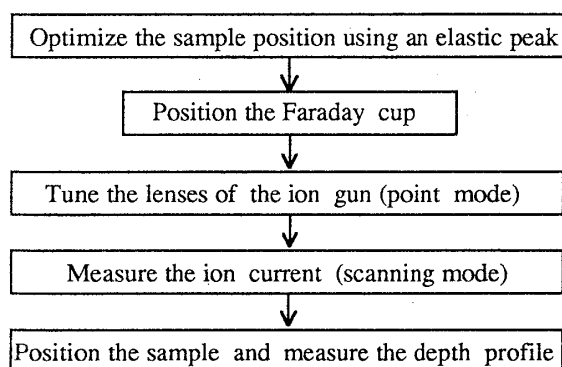


Fig. 2. Measuring procedure for in-depth profiling analysis.

られる。中空カップからアースへ流れる電流を実測すれば、イオン入射孔の面積（既知）からイオン電流密度が算出できる。測定に際しては、イオン入射孔の中でのイオン電流密度を均一にするためにイオンビームは十分広い領域を走査すること、入射電子の弾性散乱ピークを用いてイオン入射面を円筒鏡型分析器 (CMA) の焦点に正確に合わせることを前提にした。これらの手順を Fig. 2 に示す。各所のイオン電流密度（後述の透過率は 1 とした）と電流計の種類を Table 2 に示す。測定中のイオン量の安定性は、深さ方向分析後のイオン電流量が分析前とはほぼ等しいことで確認した。

2.4 スパッター時間

スパッター時間は、前回と同様に深さ方向プロファイルのめっき元素および下地元素のオーージュ電子信号強度が、それぞれ最大値の $1/2$ になる時間の平均値とした¹⁾⁷⁾。

2.5 スパッタリング収率

スパッタリング収率 γ も前回と同様に、めっき付着量 Dg/m^2 、イオン電流密度 IA/cm^2 、スパッター時間 Ts およびめっき元素の原子量 W から、以下の式で求めた¹⁾⁷⁾。

$$\gamma = 9.64 \times D / (W \cdot I \cdot T) \dots\dots\dots (1)$$

3. 結果および考察

3.1 スパッタリング収率に及ぼす種々の因子の影響

3.1.1 中性粒子

スパッタリング中の試料室の真空度は、分析所 F を除いて $10^{-5} \sim 10^{-6}$ Pa であった。真空度の違いによりイオン電流量としては検出されない高エネルギーの中性粒子の量に差が生じ、スパッタリング収率に影響を及ぼすことが考えられたため、イオンガンのイオン化室および測定室の真空度をほぼ 1 桁高くしたときのスパッタリング収率を分析所 D で測定した。実験条件および測定結果を Table 3 に示す。1 桁高くしたときのスパッタリング収率の相対変化は 0.2% で、実験の誤差範囲内であり、スパッタリング収率におよぼす真空度の影響はないことが確認された。これは、用いたイオンガンの中

Table 3. Comparison of the relative sputtering yields under different vacuum levels.

Specimen Ion energy Angle of incidence of ions		Ni 2.1 g/m ² 3 keV 52.9°	
Vacuum level		Relative ion current	Relative sputter rate
Sample chamber	Ionization chamber		
5.3×10^{-6} Pa	3.3×10^{-3} Pa	0.43	0.998
4.0×10^{-5} Pa	2.5×10^{-2} Pa	1.0	1.00

性粒子の生成効率がデュオプラズマトロン型のイオンガンに比べて低いこと、差動排気の効果が十分大きいことによると考えられる。同様なイオンガンを用いた他所においてもスパッタリング収率におよぼす真空度の影響はないと推定した。なお分析所 F では、試料室および分析管に Ar ガスを 6.7×10^{-3} Pa まで導入した後に排気系を閉じ、この真空度のもとでスパッタリングを行った。

3・1・2 イオン電流計

イオン量の測定に用いる電流計の精度はスパッタリング収率の算出精度に直接反映されるため、1V の標準電池（横河電機(株)製 2749 型）と $1 \text{ M}\Omega$ の標準抵抗（横河電機(株)製 2792 型）からなる出力 $1 \mu\text{A}$ の標準電流電源を持ち回り、イオン電流計の精度を調べた。各分析所とも電流値の相対誤差が 1% 以下であり、電流計の精度は十分に高いことを確認した。

3・1・3 ファラデーカップの透過率

(1) ファラデーカップの個体差

実験に用いたファラデーカップは、本来イオンガンの位置あわせに用いるものであり、形状・寸法の精度やイオン透過率のイオン入射角度依存性は明らかではない。そこで試料導入機構が同じ分析所 B, C, H のファラデーカップを分析所 B および C に集めて、一定のイオン照射下でファラデーカップの傾斜角度を変えてイオン電流を読み取り、ファラデーカップの個体差を比較した。分析所 C の結果を Fig. 3 に示す。イオン入射角度が 60° 以上では読取り値のばらつきがやや大きいものの、通常の測定条件である 55° 付近でのばらつきは $\pm 10\%$ 程度であり、ファラデーカップの個体差は小さいことが確認された。分析所 B の結果も同様であった。他のファラデーカップの精度も、加工精度を考慮して同

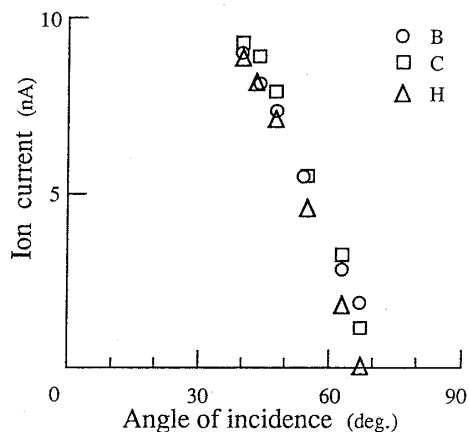


Fig. 3. Comparison of the ion currents under various angles of incidence of ions measured in Laboratory C using several Faraday cups.

程度であると推定した。

(2) ファラデーカップの透過率の角度依存性

2・3 の議論では、イオン電流密度は実測されたイオン電流量とイオン入射孔の面積から求まるとした。イオンが天板に垂直に入射する場合、および天板の板厚が十分に薄く斜め入射でもイオン入射孔径に対して厚みの影響がほぼ無視できる場合にはこの仮定は正しいと考えられるが、実際にはイオンが天板に斜めに入射する際に、イオン入射孔の側壁面でイオンの散乱が生じ、実効的なイオン入射孔の面積が減少すると考えられる。この関係を Fig. 4 に示す。散乱の効果を考慮した実効的なイオン入射孔の面積 (Fig. 4 の斜線部分) は幾何学的に推定でき、イオン入射孔の半径 a 、天板の板厚 t およびイオン入射角度 θ を用いて $4 \int_{(t/2) \sin \theta}^{a \cos \theta} (a^2 - x^2 / \cos^2 \theta)^{1/2} dx$ で与えられる。従ってイオン入射角度 θ における透過

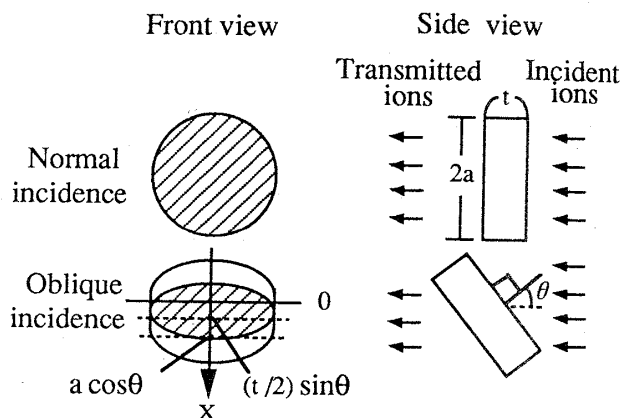


Fig. 4. Relationship between the effective transmittance area of the hole and the thickness of the upper plate for normal incidence and oblique incidence of ions.

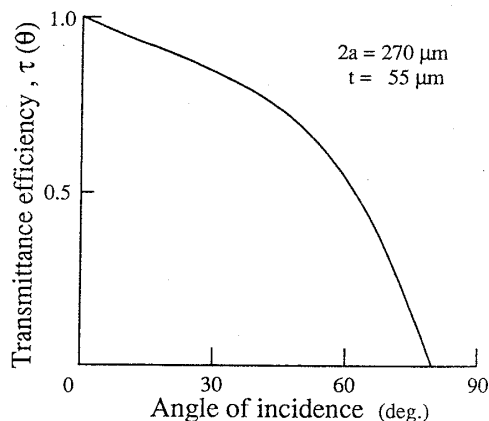


Fig. 5. Transmittance efficiency as a function of angle of incidence of ions calculated by using equation (2) for $2a = 270 \mu\text{m}$ and $t = 55 \mu\text{m}$.

率 $\tau(\theta)$ は以下の式で与えられる.

$$\tau(\theta) = 4 \int_{(t/2) \sin \theta}^{a \cos \theta} (a^2 - x^2 / \cos^2 \theta)^{1/2} dx / \pi a^2 \cos \theta \quad (2)$$

ここで垂直入射 ($\theta=0^\circ$) や天板の板厚が十分薄い ($t \sim 0$) 場合の透過率 $\tau(\theta)$ はいずれも 1 になる.

イオン入射孔の直径が $270 \mu\text{m}$, 板厚が $55 \mu\text{m}$ のときに (2) 式から求めた透過率 $\tau(\theta)$ を Fig. 5 に示す. 透過率を 1 として算出される見かけ上のスパッタリング収率は, 実効的な透過率の逆数に比例して大きくなるため, イオン入射孔の形状・寸法の把握が重要である.

上記の方法の妥当性を検討するために, 分析所 B で垂直入射が可能な改良型ファラデーカップを作製し, 同一のイオン照射下でファラデーカップの天板面をイオン入射方向に対し垂直にした場合と斜めにした場合のイオン電流の値から換算したイオン電流密度を比較した. 側壁面からの二次電子放出の影響についても検討するために, 天板には二次電子放出能の異なる Mo と Al を用いた. FERRON ら⁸⁾ によれば, 垂直入射の 1 keV と 3 keV の Ar イオンによる Mo の二次電子放出能は, それぞれ約 0.10 と 0.22 である. YAMAUCHI ら⁹⁾ の結果では, Al に対するそれぞれの値は約 0.09 と 0.13 である (イオ

ン入射角度は明記されていない). 改良型ファラデーカップの天板の板厚およびイオン入射孔径を Table 4 に示す. 板厚は AES で観察したイオン入射孔の走査二次電子 (SEM) 像を角度補正して求め, イオン入射孔の大きさは光学顕微鏡観察から求めた. イオンエネルギーが 3 keV と 1 keV のときに改良型ファラデーカップで実測したイオン電流値とイオン入射孔径から換算したイオン電流密度, すなわちイオン電流密度の実測値を Fig. 6 に示す. ○印は Al の, △印は Mo の結果である. これらの値を $\cos \theta$ および (2) 式で補正して推定した垂直入射のイオン電流密度を●印と▲印で示した. これらの推定値は, 垂直入射のイオン電流密度の実測値とイオン入射角度が $0 \sim 50^\circ$ の範囲では 10% 以内で, $50 \sim 60^\circ$ の範囲では 20% 以内で一致し, 上記の補正法が正しいことを示している. 二次電子放出能の影響については今回の実験では断定できなかった.

(3) 常用ファラデーカップの透過率

上記の補正法の常用ファラデーカップへの適用の可能性を検討するために, 分析所 B で常用ファラデーカップの透過率を求める実験を行った. イオン照射条件を一定にし, 改良型ファラデーカップでは垂直入射での, 常用ファラデーカップでは常用の入射角度でのイオン電流を測定し, これらの値から換算したイオン電流密度を比較した. 改良型と同様に求めた常用ファラデーカップの天板の板厚, イオン入射孔径およびイオン入射角度は, それぞれ $55 \mu\text{m}$, $270 \mu\text{m}$ および 54.8° であった.

イオンエネルギーが 3 keV の結果を Table 5 に示す. イオンビームを改良型をファラデーカップに垂直に入射

Table 4. Specifications of the modified Faraday cups.

Material of the upper plate	Diameter of the hole	Thickness of the upper plate
Mo	250 μm	37 μm
Al	250 μm	73 μm

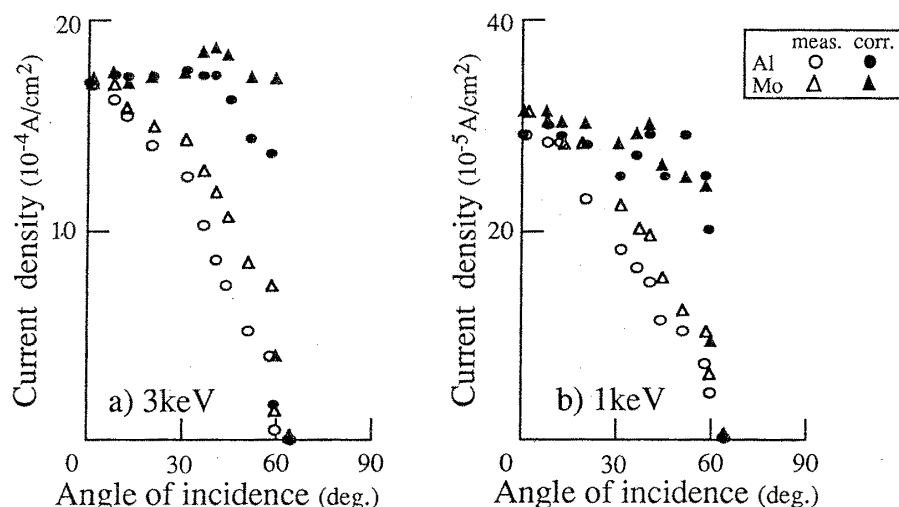


Fig. 6. Comparison of the angular dependence of measured (white) and corrected (black) ion current densities obtained by using the modified Al (circle) and Mo (triangle) Faraday cups for 3 keV Ar^+ ions a) and 1 keV Ar^+ ions b).

Table 5. Comparison of the ion current density measured with the modified Faraday cup and the ordinary one.

Type of Faraday cup	Angle of incidence of ions (deg.)	Ion current density (A/cm ²)
Modified	0°	1.7×10^{-4}
Ordinary	54.8°	5.8×10^{-5}

したときのイオン電流密度の実測値は $171 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ であった。イオン照射条件が一定であれば、イオン入射角度が 54.8° の常用ファラデーカップの天板面上でのイオン電流密度は $171 \times \cos 54.8$ より $98.6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ となる。一方、常用ファラデーカップで実測したイオン電流量とイオン入射孔径から換算したイオン電流密度は $58 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ となり、 $98.6 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ と比較して求めた透過率は 59.0% になる。この値は (2) 式により幾何学的に求めた実効的な透過率 63.8% とほぼ一致し、上記の透過率の推定法の常用ファラデーカップへの適用は妥当であるといえる。

3.2 イオン入射角度依存性

Fig. 7 に分析所 D で求めた 4 keV のイオンによる Ni, Zn の相対スパッタリング収率とイオン入射角度との関係を示す。実験の範囲内で、Ni, Zn のスパッタリング収率はイオン入射角度とともに増加したが、Zn に比べて Ni の方が角度依存性が高い。SIGMUND³⁾ の報告に従い、 $\gamma(\theta) = \gamma(0) \cdot (\cos \theta)^{-f}$ として最小自乗法により求めた f の値は、Ni が 1.59 , Zn が 0.928 であった。 f の算出にはイオン入射角度が 60° 以下のデータのみを用いた。Ni の入射角度依存性は、 1.05 keV で同様な実

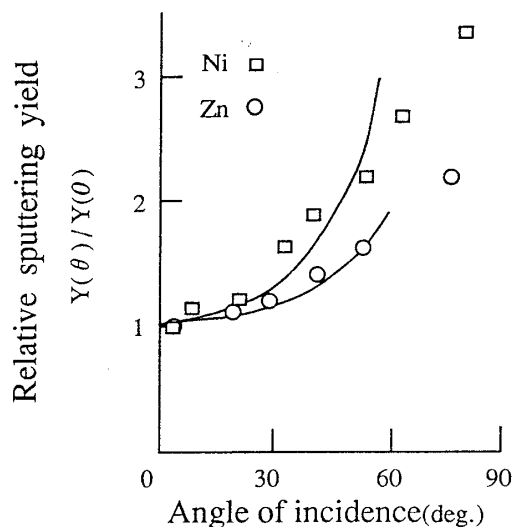


Fig. 7. Relative sputtering yields for Ni and Zn as a function of angle of incidence for 4 keV Ar^+ ions.

験を行った OECHSNER¹⁰⁾ の結果に比べて若干大きい。Zn については、比較できる報告がない。スパッタリング収率のイオン入射角度依存性についての理論式や実験式は完成していないが、今回の結果は、 θ の小さい領域で f がほぼ 1 に近い値であるとする SIGMUND³⁾ の結果とよく一致した。

3.3 スパッタリング収率の実測値と文献値の比較

イオン入射孔の透過率を 1 として求めた各分析所の見かけ上のスパッタリング収率を、グループごとに Fig. 8 に示す。グループ II では、ファラデーカップの天板面と試料面のイオン入射角度が異なるために生じるイオン電流密度の差を補正した。グループごとに傾向がよく一致し、各分析所ともスパッタリング収率にイオンエネルギー依存性があることが明らかになった。

これらの結果に、それぞれのイオン入射孔の形状から求めた透過率 $\tau(\theta)$ の補正とスパッタリング収率のイ

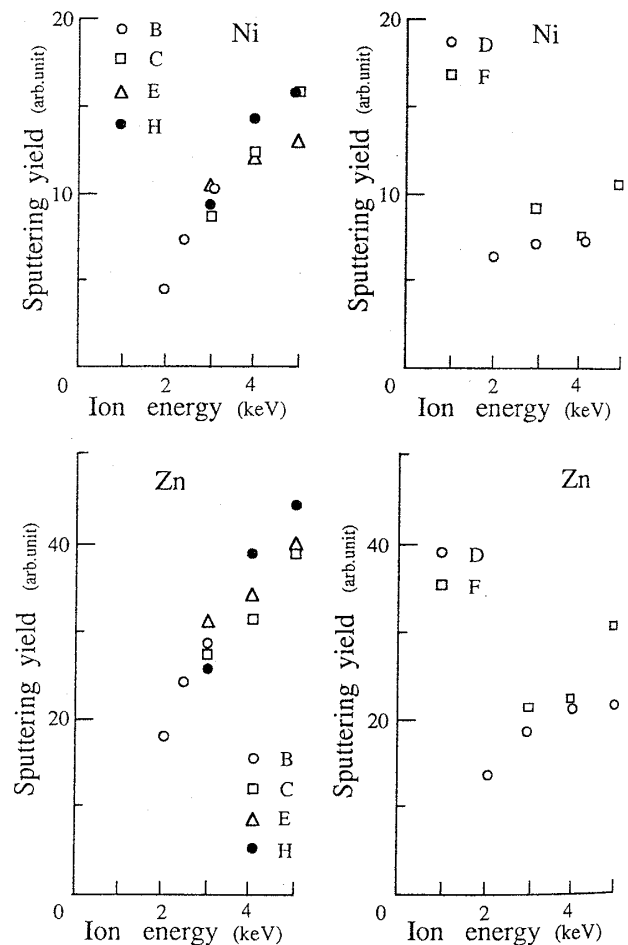


Fig. 8. Energy dependence of the sputtering yields before correction with the transmittance efficiency of the Faraday cup and the angular dependence.

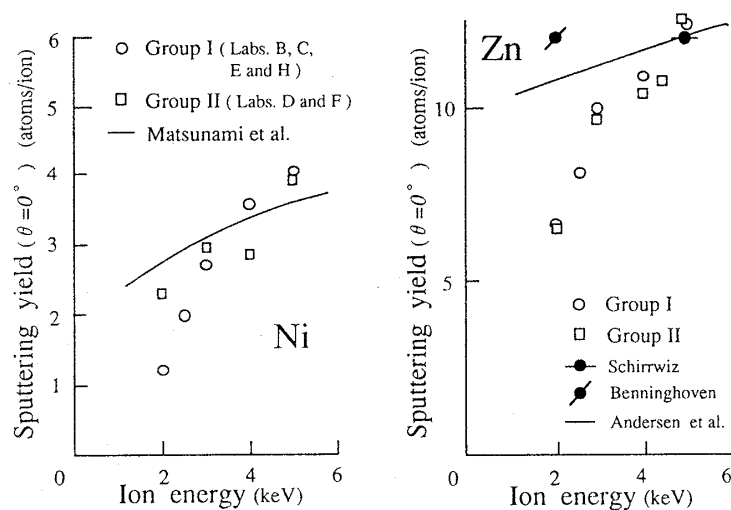


Fig. 9. Comparison between the sputtering yields for Ni and Zn with normal incidence of Ar^+ ions obtained in this work and those reported in the literature.

オン入射角度依存性の補正を行い、垂直入射のスパッタリング収率を算出した。この際、後者の補正はイオンエネルギーによらないとして、分析所 D の 4 keV の関係 (Fig. 7) を用いた。グループごとの平均値を Fig. 9 に示す。グループ I とグループ II は、ファラデーカップの天板面に対するイオン入射角度がそれぞれ 54.8° , 33.1° と大きく異なるにもかかわらずよく一致した。Ni については MATSUNAMI⁶⁾ によるスパッタリング収率のイオンエネルギー依存性を図中に実線で示した。これは垂直入射による多くの実験結果から得たものであり、信頼性は高いと考えられる。今回の実験結果は、イオンエネルギーが 2.5 keV 以下の一部の結果を除いてこれらの推定値と 20% 以内で一致した。Zn については SCHIRRWITZ¹¹⁾ および BENNINGHOVEN¹²⁾ の結果を図中に示した。また実線は ANDERSEN らがまとめた文献⁴⁾ から読み取った推定値である。今回の実験結果は、Ni の場合と同様に 2.5 keV の結果を除いてこれらの文献値と 20% 以内で一致した。

4. 結 論

AES や XPS で深さ方向分析に用いられているイオンスパッタリングにおいて、スパッタリング収率に影響を及ぼす種々の因子について AES を用いて検討した。照射イオン種は Ar^+ イオンとし、試料にはめっき付着量の既知な Ni および Zn めっき鋼板を用いた。その結果を踏まえた上で Ni および Zn の垂直入射のスパッタリング収率を求めた。その結果、以下のことが明らかになった。

1) 10^{-5} Pa $\sim$ 10^{-6} Pa 台の真空度の範囲では、スパッタリングに寄与する高エネルギー中性粒子の影響は認められなかった。

2) イオンエネルギーが 4 keV のとき、Ni, Zn のいずれにもスパッタリング収率のイオン入射角度依存性が認められた。その程度は Ni の方が Zn よりも大きかった。

3) Ni, Zn のスパッタリング収率は、イオンエネルギーが 2 $\sim$ 5 keV の範囲で明らかなイオンエネルギー依存性を示した。

4) 斜め入射の場合でも商用のファラデーカップを用いて、ファラデーカップ天板面上でのイオン電流密度が測定できる。ただしイオン電流密度の算出には、イオン入射孔の側壁面によるイオンの散乱効果を考慮した透過率の補正が必要である。

5) スパッタリング収率の分析所間のばらつきは、実測値に上記 2 および 4 の補正を行い、垂直入射のスパッタリング収率に変換することによって小さくなった。

6) 垂直入射に変換した Ni, Zn のスパッタリング収率は、イオンエネルギーが 3 $\sim$ 5 keV のとき、約 20% の誤差範囲で文献値と一致した。イオンエネルギーが 2.5 keV 以下のスパッタリング収率は、Ni, Zn とともに文献値に比較して小さな値を示した。

第一期の共同実験ではスパッタリング収率が分析所間で大きくばらつき、イオンエネルギー依存性は明らかにされなかった。今回の結果は所間差が小さく、スパッタリング収率にイオンエネルギー依存性があることが明らかになり、その依存性は低エネルギーの一部の結果を除いて文献値とよく一致した。このことは、本実験で提案した方法によってイオン電流密度およびスパッタリング収率の把握が正確に行われたこと、従って正確なスパッター速度の算出および制御が可能なことを示している。低エネルギー領域のスパッタリング収率が文献値に比べて小さくなる傾向を示した原因の一つとして、垂直入射

のスパッタリング収率を算出する際に、イオン入射角度依存性がイオンエネルギーによらないとしたことが挙げられる。これらの点を明確にするためには、AES や XPS などの表面分析法で用いられる実用的な条件 (イオン種, エネルギー, 入射角度など) でのさまざまな物質のスパッタリング収率の実験データの蓄積が必要である。それによってスパッタリング収率の文献値を利用し、どのような場合でもスパッター量の正確な把握が可能になることが強く望まれる。

以上の研究にもとづき、深さ方向分析におけるイオンスパッタリングの標準的方法の手順を以下に提案する。

1) 入射電子の弾性散乱ピークが最大となるような試料分析位置の最適化

2) ファラデーカップ天板のイオン入射孔の最適分析位置への移動

3) ファラデーカップ天板のイオン入射孔上での静止モードによるイオンガンのレンズ系の調整

4) 走査モードでのイオン電流のファラデーカップによる測定

5) 測定試料の位置あわせおよび深さ方向分析

6) イオン入射孔の透過率 (天板の厚み, 孔径, 入射角度の関数) 補正を行ったファラデーカップ天板面上でのイオン電流密度の計算 (ファラデーカップ天板面と試料測定面のイオン入射角度が異なる場合は $\cos \theta$ 補正も

行う)

7) スパッタリング収率の算出またはスパッター量への変換

文 献

- 1) 大坪孝至, 広川吉之助, 福田安生, 大橋善治, 薄木智亮, 源内規夫, 石田英明, 吉田鎮雄, 関本靖裕, 鈴木堅市: 鉄と鋼, **73** (1987), p. 259
- 2) 大坪孝至, 広川吉之助, 福田安生, 大橋善治, 薄木智亮, 源内規夫, 石田英明, 吉田鎮雄, 関本靖裕, 鈴木堅市: 鉄と鋼, **73** (1987), p. 437
- 3) P. SIGMUND: Phys. Rev., **184** (1969), p. 383
- 4) H. H. ANDERSEN and H. L. BAY: Sputtering by Particle Bombardment I, ed. by R. BEHRISH (1981), p. 145 [Springer-Verlag]
- 5) 山村泰道, 志水隆一, 清水 肇, 伊藤憲昭: 真空, **26** (1983) 2, p. 69
- 6) N. MATSUNAMI, Y. YAMAMURA, Y. ICHIKAWA, N. ITOH, Y. KAZUMATA, S. MIYAGAWA, K. MORITA and R. SHIMIZU: Report IPPJ-AM-14 (1980) [Institute of Plasma Physics, Nagoya University]
- 7) T. OHTSUBO, K. HIROKAWA, Y. FUKUDA, Y. OH-HASHI, N. USUKI, N. GENNAI, H. ISHIDA, S. YOSHIDA, Y. SEKIMOTO and K. SUZUKI: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **27** (1987), p. 60
- 8) J. FERRON, E. V. ALONSO, R. A. BARAGIOLA and A. Q-FLORIO: J. Phys. D, Appl. Phys., **14** (1981), p. 1707
- 9) Y. YAMAUCHI and R. SHIMIZU: Jpn. J. Appl. Phys., **22** (1983), L227
- 10) H. OECHSNER: Z. Physik, **261** (1973), p. 37
- 11) H. SCHIRRWITZ: Beiter Plasmaphys., **2** (1962), p. 188
- 12) A. BENNINGHOVEN: Z. Angew Phys., **27** (1969), p. 51