低速K原子線をあてた Si 表面における

K 濃度分析*

日比野善典**・手塚 宏之**・橋詰 富博** 重川 秀実**・兵藤 申一**

(昭和57年4月1日 受理)

Depth Profiles of Potassium Concentration in Silicon Exposed to Potassium Beams of Very Low Energy

Yoshinori HIBINO, Hiroyuki TETSUKA, Tomihiro HASHIZUME, Hidemi SHIGEKAWA and Shinichi HYODO

(Department of Applied Physics, the University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo 113) (Received April 1, 1982)

Si (111) surfaces were exposed to neutral potassium atomic beams of very low energy (a few tens of meV), poduced by passing through a mechanical velocity selector. Potassium concentration in the Si specimens was depth-profiled by the use of an ion microanalyzer (IMA). Since the primary ion beam of IMA was found to cause the potassium adsorbed on the surface to migrate into the substrates much deeper than usually expected, prior to IMA analysis the substrates were cleaned with pure water to remove potassium from the surface. Potassium concentration of some samples thus treated was significantly higher than the background to a considerable depth (approx. 1 μ m). The results also indicate that the potassium atom migration into Si crystals seems to be enhanced by increasing the velocity of incident potassium atoms (up to 400 m/s).

1. まえがき

低エネルギー(数10 meV 程度)の中性粒子が結晶表 面に入射すると粒子は弾性散乱されるか,あるいは吸着 されるというのが常識であるが,それ以外に少量ではあ っても結晶内部に侵入するような粒子が存在するか否か という問題に着目した.この問題に関しては,固体中に おいても結晶格子との相互作用で決まる特定の速度をも った粒子は周囲の場の影響を受けずに相当な距離を波動 的に進行できるという, E.R. Fitzgerald による固体 内 自由粒子説¹³ が一つの契機となっているが,むしろ次の ような観察報告が動機としては強い.すなわち,平井³³ は平面圧縮波を加えた雲母結晶中で,その構成元素中で

衝撃波によって結晶中の粒子が運動量を与えられ,長 距離にわたって移動するならば、すでに運動量をもつ粒 子を固体表面に入射させ、いったん表面のポテンシャル 障壁さえ越えさせれば、結晶内部に侵入し伝播する可能 性があると推量した.この場合、粒子は結晶表面と相互 作用する時間が十分短くかつ結晶に損傷を与えないこと が必要なので、粒子の入射速度には許容帯としての幅が あると考えられる.我々が用いた入射粒子はカリウム原 子線で、ターゲット結晶はシリコン(111)面である.

空

真

究

最も結合の弱いカリウム原子の一部 が長 距離(10~20 μm) にわたって移動することを 観察した. また V.P. Alekseevski ら³⁰ は爆発の衝撃波によって鉄中に 炭素 が 非常に深くまで侵入したことを確認した.

^{*} 昭和56年10月8日 第42回応用物理学会学術講演会で講演

^{**} 東京大学工学部物理工学科(東京都文京区本郷7丁目)



Fig. 1 Profile of a crater produced by the scan-stop method.

No.	Selected velocity	Incident flux ratio	Water rinsing	IMA analysis	
1	not selected	0.12	no	1 AND	
2	288 m/s	3.7×10^{-3}	no	$I=2.7 \times 10^{-4} \text{ A/cm}^2$	
3	300 m/s	3.5 \times 10 ⁻³	no	1. In 199	
4	250 m/s	3.5 \times 10 ⁻³	no	$P = 2.7 \times 10^{-4} \text{ Pa}$	
5	200 m/s	1.2×10^{-2}	no	11 M	
6	not selected	0.95	yes	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
7	not exposed		yes	$I = 7.4 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$	
8	13–400 m/s	4.1 × 10 ⁻²	yes	$P = 4.0 \times 10^{-4}$ Pa	
9	not exposed	DRAWER A	yes		
10	not selected	0.095	yes	$I=3.4\times10^{-4}$ A/cm ²	
11	7–200 m/s	4.0×10^{-2}	yes	$P = 1.3 \times 10^{-4} Pa$	
12	not exposed		yes		

Table 1 Conditions of sample preparation and	IMA	analysis.
---	-----	-----------

I: primary current density of IMA

P: vacuum pressure in IMA

2. 実 験

油拡散ポンプで排気した 10⁻⁶Pa 台の 真空中で中性の カリウム原子線を発生させ,所要の速度の原子線を得る ために高真空中で使用可能な機械的速度選択器を作製し た.原理⁴⁰ は円周上にスリットを切った円板を数枚高速 で回転することにより特定の速度をもった粒子のみを選 択するものである.原子線強度は,試料の位置に加熱白 金線を置いて原子を電離し,電子増倍管(村田製作所・ EMS 6081)で計測したカリウムイオンの個数から 求め た.ターゲットであるシリコン(111)面の 表面前処理 は 特別に行っていない.

原子線を照射した試料中のカリウム濃度をイオン・マ イクロアナライザー (IMA) (日立製作所 IMA-2A型) で深さ方向に分析した.使用した1次イオンは O_2^* で, 加速電圧は 7 keV である, IMA による深さ方向の分析 では1次イオンをビーム断面の数倍の面積にわたって走 査する必要がある.我々は,ビームを常に走 査 して お き,スペクトルを得るときだけビームを一時的に止める scan-stop 法を⁵⁾を用いた. この方法により形成され た クレーターの断面図を **Fig.1** に示す. scan-stop 法を用 いないで測定した結果との比較よりクレーター周辺部か らの寄与が軽減されたことを確認した.

3. 結 果

まず試料の作製条件と測定条件を Table 1 に示す. 照射量は,単位表面積についてターゲットを構成する Si 原子数と照射したK原子数の比で表わしてある.そ の他の詳細は以下に順次述べる.

Si 基板に入射するK原子線の選択速度を変えて実験 をした. ここで用いた速度選択器は選択速度幅, 4viが小 さく速度分解能が高い ($4v/v_0 \sim 3$ %, v_0 は選択速度)反 面,粒子の透過率が非常に低く十分な粒子束強度を得る ためには長時間の運転が必要である. 選択した速度は 200, 250, と300 m/s で各試料 (Table 1 の No. 3, 4, と5)の分析結果を Fig. 2 に示す. Fig. 2 の縦軸には 2次イオン同士で K⁺ と Si⁺ の比をとっている. 表面 付近を除いて濃度が小さい場合には 2次イオンは濃度に 比例する. Table 1 に示したように No. 3と4 の照射量 は同じであるが No. 5は一桁近く大きい, Fig. 2 におい ては照射量が同じになるように No. 5のプロットを縦軸 方向に平行移動させてある, Fig. 2 の斜線部分は, K原 子線を照射していない試料を分析した場合の 2次 K⁺・ イールドで試料中のKのパックグラウンドを示すと考え

られる. Fig. 2 からは、(1)かなりの 深 さ (~1 μ m) ま でカリウムのイールドが高く、(1)この入射粒子速度範囲 では速度の大きい方がカリウムの侵入量が多いという傾 向が認められる. しかしバックグラウンド領域との隔た



Fig. 2 Depth profiles of potassium concentration in silicon. The shadowed region denotes, the background concentration.



りが僅かで有意な差とは認めがたい。

表面に吸着した粒子が IMA の1次イオンと衝突する ことによりエネルギーを与えられ,表面から固体内部に 侵入する現象は knock-on 効果として知られている⁶⁹. この効果の影響を調べるために,速度選択器を通さずに K原子線を直接に照射した試料を作り,それを純水中に 24時間浸し表面のカリウムを洗い落とし,その後真空中 で乾燥した.これらの 試料 (Table 1 の No. 6と10)を IMA で分析した結果は,**Fig.3**に示すとおり,純水洗 浄を行わなかった試料 (Table 1 の No. 1)と比較する と,2次イオンイールドがバックグラウンド中に完全に 含まれてしまう.

以上の結果から、有意な実験結果を導くためには、(1) バックグラウンドとの差を拡げるように速度選択された K原子線の照射量を増加すること.(2)表面の純水洗浄を 行うことにより、knock-on 効果の影響を避けること, の2点が重要であることがわかった.照射量を増すため には速度選択器の運転時間を長くしなくてはならない が、真空中においてはモーターの過熱などの問題が生じ る.そこで選択速度幅を広くした簡単な2枚の円板によ る速度選択器を新たに作製し、これを用いてカリウムを 照射した試料(Table 1の No. 11)を分析した結果を Fig.4に示す.選択速度は7~200 m/s と13~400 m/s で広いが、照射量は No.2~4の場合に比べて一桁ほど 高い.Fig.4で注目することは、選択速度が高い No.8 のイールドが No.11 より高いことである.さらに純水

> Fig. 3 Results for samples cleaned with pure water as compared with that for the one not cleaned (filled circles). No velocity selection of potassium beams was performed.

— (40) —



Fig. 4 Depth profiles of potassium concentration in the silicon samples cleaned with pure water. Potassium beams were velocity-selected.

による表面洗浄の効果のために No. 11 のイールドはバ ックグラウンドに含まれてしまっているけれども, No. 8はそれより大きくなっているので有意性が高いと考え られる.

Fig. 4 の試料は Fig. 2 の試料よりも照射量を一桁ほ ど増してある. それにもかかわらず前者のイールドが後 者のイールドに比べ全体的にいってそれほど高くなって いない. Fig. 2 の場合は,前述のように分析の際の knock-on 効果による影響が加わっていると考えられる が、一般に、表面に先に入射した原子が吸着層を形成す ると、それが後から入射する原子の侵入を阻止するよう な効果があると考えている。

4. まとめ

以上の結果をまとめると、次のことが結論される.

 1次イオンによる表面吸着原子の knock-on 効果 は微小量分析において従来の予想よりははるかに深くま で影響してくる。

(2) 低速度のK原子線を選択的に照射した Si 試料の 中にK濃度がバックグラウンドを越えて高いものを発見 した. さらにそのK濃度は選択(入射)速度と正の相関 関係がある。

最後に、本研究を遂行する上で IMA の分析技術や試 料処理に関し有益な指導示唆を頂いた日立製作所の田村 一二三博士と平井康晴博士に深く感謝したい。

〔文 献〕

- E. R. Fitzgerald: Particle Wave and Deformation in Crystalline Solids (Interscience, New York, 1966).
- Y. Hirai and S. Hyodo: Jpn. J. Appl. Phys. 15 (1976) 1991.
- V. P. Alekseevskii, V. F. Mazanko, L. E. Pechentkovskaya and V. M. Fal'chenko: Sov. Phys. Tech. Phys. 24 (1979) 477.
- 4) 小寺熊三郎, 楠 勲:応用物理 38 (1969) 20.
- H. Tamura, T. Kondo, I. Kanomata, K. Nakamura and Y. Nakagima: Jpn. J. Appl. Phys. Suppl. 2 (1974) 329.
- U. Littmark and W. O. Wofer: Nucl. Instrum. Meth. 168 (1980) 329.