

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-242513

(P2007-242513A)

(43) 公開日 平成19年9月20日(2007.9.20)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 J 49/40 (2006.01)	HO 1 J 49/40	2 G O 4 1
GO 1 N 27/64 (2006.01)	GO 1 N 27/64	5 C O 3 8
HO 1 J 49/10 (2006.01)	HO 1 J 49/10	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2006-65766 (P2006-65766)
 (22) 出願日 平成18年3月10日 (2006.3.10)

(71) 出願人 000005223
 富士通株式会社
 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番
 1号
 (74) 代理人 100108187
 弁理士 横山 淳一
 (72) 発明者 後藤 康之
 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番
 1号 富士通株式会社内
 Fターム(参考) 2G041 CA10 DA02 FA02 GA06
 5C038 GG04

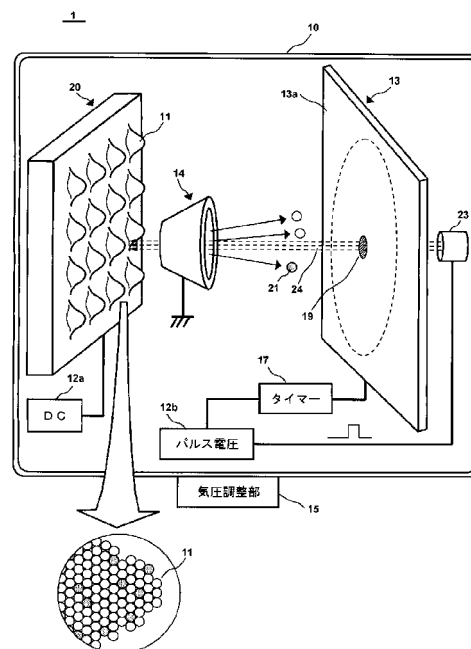
(54) 【発明の名称】 元素検出方法及び元素検出装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 高精度の均質な測定が可能であり、尚且つ、測定が容易な元素検出方法及び元素検出装置を提供する。

【解決手段】 試料から離脱した元素を検出し、元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出装置1であって、気圧調整が可能であり、内部に試料が配置されるチャンバー10と、チャンバー内で試料と対向するように設置されており、試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、試料にエネルギービーム24を照射する照射手段23とを備え、元素検出手段が、エネルギービームが通過可能な孔19を有するとともに、照射手段が元素検出手段を挟んで試料の反対側に設置され、孔を通過したエネルギービームが試料に照射される。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料から電界離脱した元素を元素検出手段により検出し、当該元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出方法であって、

内部に前記試料が配置されるチャンバー内の気圧を調整するステップと、

前記元素検出手段に設けられた孔を通過したエネルギービームを前記試料に照射し、前記試料から元素を離脱させるステップと、

前記離脱した元素を前記元素検出手段により検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定するステップとを含む

ことを特徴とする元素検出方法。

10

【請求項 2】

前記試料に前記エネルギービームを照射する前に、空洞を有する引出電極にバイアス電圧を印加するステップを更に備え、

前記エネルギービームが前記空洞内を通過して前記試料に照射される

ことを特徴とする請求項 1 に記載の元素検出方法。

【請求項 3】

前記試料に照射される前記エネルギービームが光ファイバーの先端から出射される

ことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の元素検出方法。

【請求項 4】

試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出装置であって、

20

気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンバーと、

前記チャンバー内で前記試料と対向するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、

前記試料にエネルギービームを照射する照射手段とを備え、

前記元素検出手段が、前記エネルギービームが通過可能な孔を有するとともに、前記照射手段が前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に設置され、前記孔を通過したエネルギービームが前記試料に照射される

ことを特徴とする元素検出装置。

【請求項 5】

30

試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素測定装置であって、

気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンバーと、

前記チャンバー内で前記試料と対向するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、

前記試料にエネルギービームを照射する照射手段と、

前記エネルギービームが通過可能なレンズとを備え、

前記レンズ及び前記照射手段が、前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に、且つ、前記元素検出手段に近い方から前記レンズ、前記照射手段の順に設置され、

前記レンズを通過したエネルギービームが、前記元素検出手段の外側から前記試料に向けて照射される

40

ことを特徴とする元素検出装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、試料の構成元素を検出する元素検出方法及び元素検出装置に関し、特に、試料への電界印加によって生じる元素の離脱現象を利用して、試料の構成元素を微細に検出することが可能な元素検出方法及び元素検出装置に関する。

【背景技術】

【0002】

50

従来より、電界印加により試料から元素を離脱させ、離脱した元素の位置及び飛行時間を位置敏感型検出器 (position sensitive detector) で検出することにより、当該試料の元素分布 3 次元的に検出する、いわゆる 3 次元アトムプローブ (Three Dimensional Atom Probe: 以下、3 D A P と略称する。) が開発されている。なお、位置敏感型検出器は、離脱元素の 2 次元的な位置を検出するため、2 次元位置検出器とも呼ばれる。

【 0 0 0 3 】

この 3 D A P は、試料表面の全構成元素を、原子レベルの空間分解能で 2 次元マップとして表示することができ、さらに深さ方向に拡張していくと、原子分布を 3 次元的に構成することができる。

【 0 0 0 4 】

一般的な 3 D A P の例を図 5 に示す。図に示すように、3 D A P では、先端を針状に加工した構造体 (針状構造体) からなる試料 1 1 が使用される。この試料 1 1 に高電界を印加し、その表面から元素を電界蒸発させる。そして、この電界蒸発により離脱した元素 (離脱イオン 2 1) の位置及び飛行時間を、上述した位置敏感型検出器 1 3 およびタイマー 1 7 で測定する。なお、元素の種類はこの飛行時間により同定される。

【 0 0 0 5 】

しかしながら、このような試料に高電界を印加するタイプの元素測定装置では、試料を構成する元素が非導電体の場合に、精度の良い測定が出来ないという欠点がある。この欠点を補うものとして、試料に高エネルギーのビームを照射する方法が提案されている (特許文献 1 参照。)。特許文献 1 によれば、図 6 に示すように、検出効率を高める目的で、エキシマレーザ光を試料先端の側方から照射する。

【特許文献 1】特開平 5 - 6 2 6 3 9 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

しかしながら、特許文献 1 のように、レーザ光を試料の側方から照射する方式では、試料の裏側に (すなわち、レーザ光が照射される面と反対側の面に) レーザ光が十分に届かないため、均質な測定が出来ないという問題がある。また、レーザ光が試料中を屈折しながら透過し、余分な外乱光として作用する場合もあり、測定を難しくするという問題もあった。

【 0 0 0 7 】

本発明は上記のような問題点に鑑みてなされたものであり、高精度の均質な測定が可能であり、且つ、測定が容易な元素検出方法及び元素検出装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

上記の課題について、本発明者は、高エネルギービームを、試料の正面から、すなわち位置敏感型検出器が配置されている方向から照射することにより、解決可能であることを見出し、本発明をなすに至った。

【 0 0 0 9 】

本発明の一観点によれば、本発明の元素検出方法は、試料から電界離脱した元素を元素検出手段により検出し、当該元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出方法であって、内部に前記試料が配置されるチャンバー内の気圧を調整するステップと、前記元素検出手段に設けられた孔を通過したエネルギービームを前記試料に照射し、前記試料から元素を離脱させるステップと、前記離脱した元素を前記元素検出手段により検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定するステップとを含むことを特徴とする。

【 0 0 1 0 】

また、本発明の他の観点によれば、本発明の元素検出装置は、試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出装置であって、気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンバーと、前記チャンバー内で前記試料と対向

10

20

30

40

50

するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、前記試料にエネルギービームを照射する照射手段とを備え、前記元素検出手段が、前記エネルギービームが通過可能な孔を有するとともに、前記照射手段が前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に設置され、前記孔を通過したエネルギービームが前記試料に照射されることを特徴とする。

【0011】

また、本発明の他の観点によれば、試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素測定装置であって、気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンパーと、前記チャンパー内で前記試料と対向するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、前記試料にエネルギービームを照射する照射手段と、前記エネルギービームが通過可能なレンズとを備え、前記レンズ及び前記照射手段が、前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に、且つ、前記元素検出手段に近い方から前記レンズ、前記照射手段の順に設置され、前記レンズを通過したエネルギービームが、前記元素検出手段の外側から前記試料に向けて照射されることを特徴とする。

10

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、高エネルギービームを、試料の正面から、すなわち位置敏感型検出器が配置されている方向から照射することにより、高精度の均質な測定が可能で、測定が容易な元素検出方法及び元素検出装置を提供することが可能となる。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

以下に、本発明の実施形態に係る詳細を、図面を参照しながら説明する。

【実施例1】

【0014】

図1は、実施例1による元素検出装置(3DAP)の概略構成を示す模式図である。この元素検出装置1は、図に示すように、内部に試料11が配置されるチャンパー10と、試料11に所定の電界を印加するための電源12aと、試料11から離脱した元素(離脱イオン21)を検出する元素検出手段である位置敏感型検出器13と、試料11との間で高い直流バイアス電圧が印加される引出電極14とを備えている。なお、位置敏感型検出器13は、図に示すように、チャンパー10内で試料11と対向するように設置される。

30

【0015】

また、上記の他に、元素検出装置1は、チャンパー10内を所望の真空状態とするための真空ポンプ等を含む気圧調節部15を備えている。

【0016】

元素検出装置1には更に、試料11にエネルギービーム24を照射するための照射手段23と、照射手段23にパルス電界を印加するための電源12bと、電源12bおよび位置敏感型検出器13が接続されたタイマー17とが備えられている。

【0017】

ここでは、試料11として、被測定部材20上に形成された形態の試料を使用する。被測定部材20は、図に示すように、先端部分或いは全体が試料11であるような複数の針状構造体を備えた部材である。なお、試料11として、図5に示されるような針状構造体からなる単体の試料11を使用しても構わない。

40

【0018】

タイマー17は、電源12bから照射手段23へ印加するパルス電圧を起動する機能を有している。タイマー17は更に、パルス電圧の印加をトリガとして、離脱した元素(離脱イオン21)の飛行時間を測定する機能も有している。

【0019】

位置敏感型検出器13は、平面状の元素検知面を備えており、上記離脱イオン21の存在する位置を2次元マップとして表示する機能を有している。

50

【0020】

電源12aは、試料11と引出電極14との間に直流バイアス電圧を印加し、試料11の表面からイオンが離脱しやすくするものである。一方、電源12bは、図に示すように、照射手段23にパルス電圧を印加し、試料11の先端に向けてエネルギービーム24を照射させる。

【0021】

引出電極14は、図に示すように、前記離脱イオン24が通過可能な空洞を（例えば、中央部に）有する、いわゆる円環形状の電極であり、試料11と位置敏感型検出器13との間、試料11の近傍に位置する。

【0022】

エネルギービーム24の照射により、試料11から電界蒸発した原子は、イオンの状態で引出電極14の空洞部分を通過し、位置敏感型検出器13へ向かって飛行する。

【0023】

照射手段23は、図に示すように、位置敏感型検出器13を挟んで、試料11と反対側に設置される。位置敏感型検出器13には、中央付近にエネルギービームが通過可能な孔19が設けられており、エネルギービーム24が、この孔19を通過して試料11側に照射される。このとき、エネルギービーム24は引出電極14の空洞部分を通過するようにしてよい。

【0024】

孔19の大きさは、例えば、直径が100μm程度であればよい。なお、孔19が存在する範囲については位置敏感型検出器13における検出ができなくなるため、孔19の大きさは、エネルギービーム24が通過できる最小の孔径であることが望ましい。

【0025】

また、照射手段23は、例えばフェムトパルスの半導体励起チタンサファイヤレーザ等を有し、試料11への電界の印加に同期して、当該試料11の表面に（例えばレーザ光等の）エネルギービーム24を照射する。なお、照射手段23として電子線照射機構を使用し、試料11に電子線を照射するようにしても良い。

【0026】

このように、レーザ光等のエネルギービーム24を、試料11に対して、その正面から、すなわち位置敏感型検出器13が配置されている方向から照射することにより、試料11の先端部分の表面全体にエネルギービーム24が均一に照射される。このため、試料11先端から元素離脱が偏り無く行なわれ、高精度の均質な測定が可能となる。

【0027】

また、エネルギービーム24の入射角度の関係で、試料11内部を透過するエネルギービーム24の量が少なくなり、透過したエネルギービーム24が余分な外乱光として悪影響を与えるという問題も解消される。

【0028】

- 3DAPを使用した元素検出フロー -

以下に、3DAPを使用して元素を検出する工程の例を、図を用いて説明する。ここでの説明には、図2と図3を使用する。図2は、実施例1による元素検出方法を示したフローチャートである。

【0029】

まず、チャンバー10内において、位置敏感型検出器13の元素検出面13aと試料11の先端が対向するように、被測定部材20を設置する。この状態で、気圧調節部15の作動により、チャンバー10を所定の真空度に調節する（ステップS1）。ここでは、例えば、いわゆる超高真空状態となる 2×10^{-8} Pa程度の圧力に設定する。

【0030】

なお、この気圧調整後、電界蒸発を促進させる目的で、試料11の元素に吸着し易い（吸着率の高い）ガスをチャンバー10内に導入するようにしても良い。この試料11の元素に吸着し易いガスとしては、例えば、窒素（ N_2 ）ガスが挙げられる。

10

20

30

40

50

【 0 0 3 1 】

続いて、タイマー 17 を起動させるとともに、被測定部材 20 に電源 12 a の直流バイアス電圧に加える。そして、この状態で、電源 12 b に例えば 5 k V のパルス電圧を発生させ、照射手段 23 に印加する。(ステップ S 2)。

【 0 0 3 2 】

このパルス電圧の印加により、照射手段 23 からエネルギービーム 24 が試料 11 の先端部に照射される。

【 0 0 3 3 】

具体的には、この電界蒸発現象を利用して、試料 11 の表面から順に、1 原子層ずつ電界蒸発していく。このとき、1 回のエネルギービーム 24 照射(すなわち 1 回のパルス電圧の印加)により、1 原子のイオンを離脱させるのが理想的であるが、1 回のパルス電圧の印加により同時に複数の原子が電界蒸発するという事態を避けるために、例えば、10 回から 100 回程度のエネルギービーム 24 の印加によって、1 原子の電界蒸発が生じるようにパルス電圧を調節しても良い。

【 0 0 3 4 】

続いて、電界蒸発した離脱イオン 21 が位置敏感型検出器 13 に到達した際の位置、すなわち、位置敏感型検出器 13 の元素検出面 13 a における座標を測定する。なお、この位置の測定を行なうとともに、タイマー 7 により離脱イオン 21 の飛行時間を測定する(ステップ S 3)。

【 0 0 3 5 】

そして、この離脱イオン 21 の位置及び飛行時間の測定結果を、図示しない記憶手段(不図示)に蓄積する。次に、ステップ S 3 及び S 4 からなる一連の工程を繰り返し実行し(ステップ S 4)、試料 11 を構成する各層の元素のうち、分析を希望する分を全て電界蒸発させる。

【 0 0 3 6 】

次に、蓄積した測定結果のデータを使用し、先ず、試料 11 の各層について 2 次元的なマップを作成する(ステップ S 5)。このとき、所定の座標について深さ方向に拡張させたマップを作成しても良い。

【 0 0 3 7 】

このようにして得られた 2 次元マップのデータを、コンピュータ等の計算手段(不図示)を用いて所定の計算処理を行うことにより、試料 11 の原子分布を 3 次元的に再構成する(ステップ S 6)。

【 実施例 2 】

【 0 0 3 8 】

次に、実施例 1 における変形例を、図 3 を参照しながら説明する。図 3 は、実施例 2 による元素検出装置(3DAP)の概略構成を示す模式図である。

【 0 0 3 9 】

本実施例は、実施例 1 で説明した形態について、試料 11 (被測定部材 20) に照射されるエネルギービーム 24 が、照射手段 23 に接続された光ファイバー 25 の先端から出射されるようにした例である。

【 0 0 4 0 】

光ファイバー 25 と照射手段 23 とが接続される箇所には、例えば、照射手段 23 からのエネルギービーム 24 (例えば、レーザ光)を光ファイバー 25 に導くための光コネクタ 26 が設けられる。光コネクタ 26 は、例えば、図示しない集光レンズを使用して、照射手段 23 からのエネルギービーム 24 を光ファイバー 25 の中心部(コアの部分)に集光する。

【 0 0 4 1 】

その他の形態については、実施例 1 と同様であるため説明を省略する。

【 0 0 4 2 】

10

20

30

40

50

このように、光ファイバー 25 を使用することにより、エネルギービーム 24 を試料 1 の近くまで導くことになり、自由度の高いルートで、確実にエネルギービーム 24 を試料 1 へ照射することが可能となる。

【実施例 3】

【0043】

本実施例は、位置敏感型検出器 13 に孔 19 を設けずに、光を集光するレンズを使用した例である。本実施例を、図 4 を使用して説明する。図 4 は、実施例 3 による元素検出装置 (3DAP) の概略構成を示す模式図である。

【0044】

レンズ 27 はエネルギービーム 24 が通過可能な材質からなり、図に示されるように、位置敏感型検出器 13 を挟んで被測定部材 20 の反対側に (具体的には、位置敏感型検出器 13 と照射手段 23 との間に) 設置される。すなわち、位置敏感型検出器 13 から近い方からレンズ 13, 照射手段 23 の順に設置される。

【0045】

照射手段 23 とレンズ 27 との間には、図に示すように、例えば、複数の光ファイバー 28 が設けられ、この光ファイバー 28 により、照射手段 23 から出射されたエネルギービーム 24 がレンズ 27 の所定の面まで導かれる。そして、位置敏感型検出器 13 の外側から、被測定部材 20 に形成された試料 11 の先端部に向けてエネルギービーム 24 が照射される。なお、エネルギービーム 24 の出力が十分であれば、光ファイバー 28 は 1 本

【0046】

本実施例のように、光を集光するレンズ 27 を使用することにより、位置敏感型検出器 13 に孔を開けなくても済むというメリットがある。

【0047】

以上、本発明の特徴を詳述した。本発明の好ましい諸形態を付記すると、以下の通りである。

(付記 1)

試料から電界離脱した元素を元素検出手段により検出し、当該元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出方法であって、

内部に前記試料が配置されるチャンバー内の気圧を調整するステップと、

前記元素検出手段に設けられた孔を通過したエネルギービームを前記試料に照射し、前記試料から元素を離脱させるステップと、

前記離脱した元素を前記元素検出手段により検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定するステップとを含む

ことを特徴とする元素検出方法。

(付記 2)

前記試料に前記エネルギービームを照射する前に、空洞を有する引出電極にバイアス電圧を印加するステップを更に備え、

前記エネルギービームが前記空洞内を通過して前記試料に照射される

ことを特徴とする付記 1 に記載の元素検出方法。

(付記 3)

前記試料に照射される前記エネルギービームが光ファイバーの先端から出射される

ことを特徴とする付記 1 または 2 に記載の元素検出方法。

(付記 4)

試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素検出装置であって、

気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンバーと、

前記チャンバー内で前記試料と対向するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、

10

20

30

40

50

前記試料にエネルギービームを照射する照射手段とを備え、

前記元素検出手段が、前記エネルギービームが通過可能な孔を有するとともに、前記照射手段が前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に設置され、前記孔を通過したエネルギービームが前記試料に照射されることを特徴とする元素検出装置。

(付記 5)

前記試料と元素検出手段との間に配置されてバイアス電圧が印加され、前記離脱した元素が通過可能な空洞を有する引出電極を更に備えることを特徴とする付記 4 に記載の元素検出装置。

(付記 6)

前記エネルギービームが、前記照射手段に接続された光ファイバーの先端から出射される。ことを特徴とする付記 6 または 7 に記載の元素検出装置。

(付記 7)

試料から離脱した元素を検出し、前記元素の位置及び飛行時間を測定する元素測定装置であって、

気圧調整が可能であり、内部に前記試料が配置されるチャンバーと、

前記チャンバー内で前記試料と対向するように設置されており、前記試料から離脱した元素を検出する元素検出手段と、

前記試料にエネルギービームを照射する照射手段と、

前記エネルギービームが通過可能なレンズとを備え、

前記レンズ及び前記照射手段が、前記元素検出手段を挟んで前記試料の反対側に、且つ、前記元素検出手段に近い方から前記レンズ、前記照射手段の順に設置され、

前記レンズを通過したエネルギービームが、前記元素検出手段の外側から前記試料に向けて照射されることを特徴とする元素検出装置。

(付記 8)

前記レンズを通過した複数のエネルギービームが集光して、前記試料に照射されることを特徴とする付記 7 に記載の元素検出装置。

【産業上の利用可能性】

【0048】

本発明の活用例としては、例えば、ガリウム砒素 (GaAs) 等についての不純物濃度の組成分析が典型的であるが、その他、ハード・ディスク装置 (HDD) 等に使用される GMR 素子についての多層薄膜積層構造等の 3 次元構造解析にも利用可能である。

【図面の簡単な説明】

【0049】

【図 1】は、本発明の実施例 1 に係る元素検出装置 (3DAP) の概略構成を示す模式図である。

【図 2】は、本発明の実施例 1 に係る元素検出方法を示すフローチャートである。

【図 3】は、本発明の実施例 2 に係る元素検出装置 (3DAP) の概略構成を示す模式図である。

【図 4】は、本発明の実施例 3 に係る元素検出装置 (3DAP) の概略構成を示す模式図である。

【図 5】は、従来一般的な 3DAP の例である。

【図 6】は、従来レーザー光を使用した 3DAP の例である。

【符号の説明】

【0050】

1 ... 元素検出装置

10 ... チャンバー

11 ... 試料

10

20

30

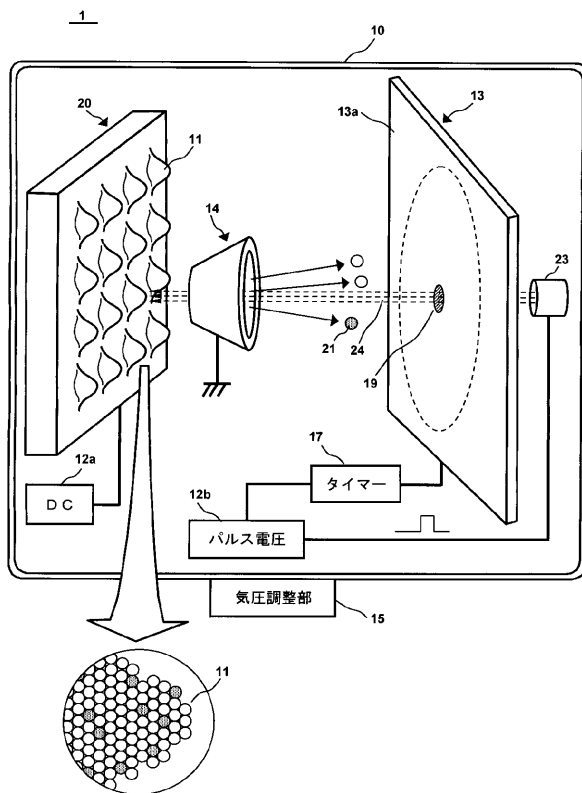
40

50

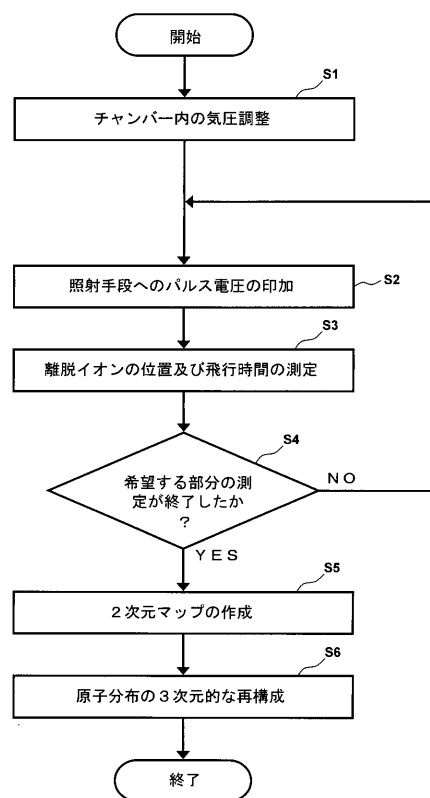
- 1 2 a、1 2 b ... 電源
- 1 3 ... 位置敏感型検出器
- 1 3 a ... 元素検知面
- 1 4 ... 引出電極
- 1 5 ... 気圧調節部
- 1 7 ... タイマー
- 1 9 ... 孔
- 2 0 ... 被測定部材
- 2 1 ... 離脱イオン
- 2 3 ... 照射手段
- 2 4 ... エネルギービーム
- 2 5、2 8 ... 光ファイバー
- 2 6 ... 光コネクタ
- 2 7 ... レンズ

10

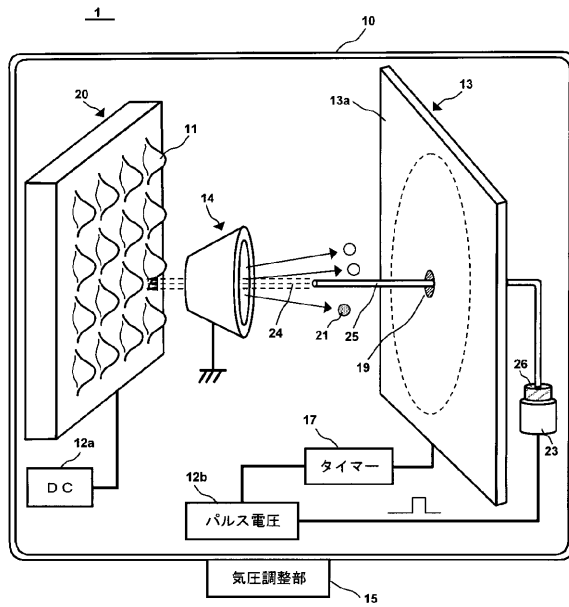
【図 1】



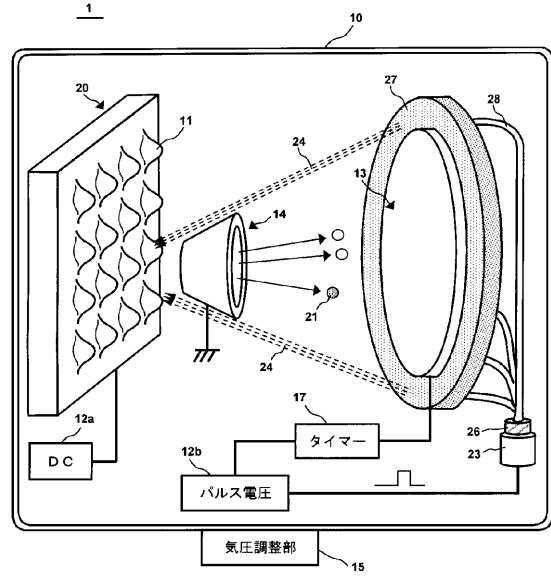
【図 2】



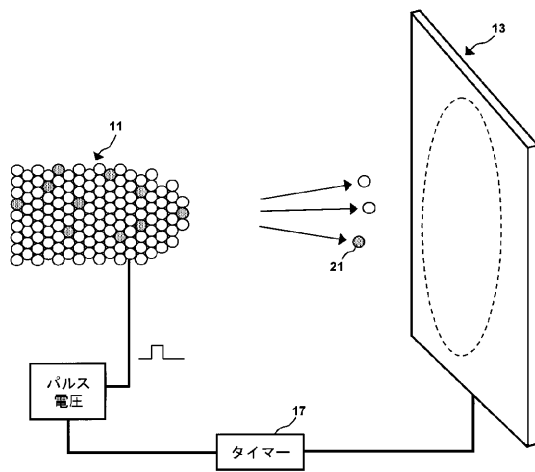
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【図 6】

