

중 에너지 이온산란 분광장치의 제작 및 성능 평가

김현경 · 문대원 · 김영필* · 이재철** · 강희재***

한국표준과학연구원 표면분석그룹, *한국과학기술원 재료공학과
삼성종합기술원 분석연구실, *충북대학교 물리학과
(1996년 9월 23일 접수)

Construction and performance evaluation of a medium energy ion scattering spectroscopy system

H. K. Kim, D. W. Moon, Y. P. Kim*, J. C. Lee** and H. J. Kang***

Surface Analysis Group, Korea Research Institute of Standards and Science, Taejeon 305-600

*Department of Material Science and Engineering, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Taejeon 305-707

**Analytical Enigeering Lab., Samsung Advanced Institute of Technology, Suwon 440-600

***Department of Physics, Chung-Buk National University, Chongju 360-763

(Received September 23, 1996)

요 약 - 이온-고체 표면 사이의 상호작용에 관한 연구를 수행하기 위하여 중 에너지 이온산란 분광장치를 개발하였고 그 특성 평가를 수행하였다. 제작된 MEIS의 에너지 분해능은 4×10^{-3} 으로 측정되었다. MEIS의 표면분석의 응용으로 60 keV H^+ 을 $Ta_2O_5(300 \text{ \AA})/Si$ 에 적용하여 에너지 손실인자와 깊이분해능을 얻은 결과는 42 eV/ \AA 와 9.7 \AA 이었다. 또한, Si(100)표면에 97.5 keV H^+ 이온을 random방향으로 입사시켜 이차원 스펙트럼을 얻었다.

Abstract - A medium energy ion scattering spectroscopy(MEIS) system has been developed and tested. In the MEIS system a toroidal electrostatic energy analyzer(TEA) and a two dimensional position sensitive detector(PSD) were used. The energy resolution of MEIS system was estimated to be less than 4×10^{-3} and the overall angular resolution was less than 0.3° . From the MEIS spectrum of $Ta_2O_5(300 \text{ \AA})$ on Si analyzed using 60 keV H^+ , the energy loss factor[S] and depth resolution were estimated to be 42 eV/ \AA and 9.7 \AA , respectively. Also Si(100) surface was analyzed using the MEIS system. A random MEIS spectrum was obtained from the Si(100) covered with native oxide layers. At the double alignment condition, MEIS spectrum showed a Si surface peak, a oxygen peak and a carbon peak.

1. 서 론

전자 산업의 급격한 발달은 반도체 내의 얇은 도핑층과 금속-반도체 계면에 대한 정보를 얻기 위한 측정장비의 발달을 수반하게 되었다. 그 중에서 박막분석 장비 중 대표적인 것이 Rutherford backscattering spectroscopy(RBS)이다. RBS는 50 keV에서 3 MeV 사이의 에너지를 가진 수소나 헬륨 이온을 고체 표면에 충돌시켜 후방산란되는 이온의 갯수와 에너지를 측정하여 시료의 조성과

원소 분포, 원자 구조 및 두께에 관한 정보를 얻는 방법으로 수 백 nm 깊이까지 측정이 가능하다[1].

핵물리학 분야에서 처음 사용하기 시작한 RBS는 시료의 순도와 두께 등을 빠르고 간단하면서도 비파괴적으로 측정할 수 있다는 장점 때문에 재료학, 결정학, 표면 분야에서 많이 사용하고 있다. 그러나 최근 반도체의 고집적화, 소형화의 추세로 반도체 소자에 사용하는 박막의 두께도 얇아져서 수 십 nm 이내의 표면층에 관한 관심이 점차로 증가하고 있다. 이러한 추세에서는 기존

의 RBS로는 장비가 가지고 있는 깊이 분해능의 한계 때문에 충분한 정보를 얻지 못하게 되었다.

이러한 이유로 깊이 분해능이 RBS 보다 뛰어나면서 RBS의 기능을 할 수 있는 분석장비가 필요하게 되었다. 10여년 전에 네덜란드의 FOM 연구소에서 입사 이온의 에너지가 50~300 keV인 이온산란 분광장치를 개발하여 Medium Energy Ion Scatteing Spectroscopy(MEIS)라고 명명하였다[2-3].

MEIS는 RBS와 비교하여 원리상의 큰 차이점은 없다. 다만 입사 이온의 에너지가 수 백 keV 정도이고, RBS에서 사용하는 반도체 검출기 대신에 정전형 에너지 분석기를 사용하기 때문에 RBS에 비하여 분해능이 월등히 향상된 차이점이 있다. 따라서 MEIS는 RBS에서 얻을 수 있는 정보를 보다 정교하게 얻을 수 있다. 즉, 시료의 조성과 원소 분포, 원자 구조 및 두께에 관한 정보를 nm이하의 깊이 분해능으로 수십 nm 깊이까지 분석할 수 있다.

이와 같은 장점 때문에 네덜란드의 FOM 연구소, 미국의 IBM 연구소를 비롯하여 미국 Rutgers대학, 일본의 오사카 전기통신대학 등의 연구기관에서 지난 10여년 간에 걸쳐서 MEIS에 관한 연구를 활발히 진행하고 있다. 그러나, 국내에서는 반도체 산업의 비약적인 발전과 같은 산업 여건을 고려하여 볼 때 MEIS와 같이 우수한 성능을 가진 측정장비가 절실히 필요함에도 불구하고 MEIS에 관한 연구는 전혀 없었다. 본 연구에서는 MEIS를 제작하여 그 성능을 평가하였다.

2. 실험장치 및 실험

2.1 MEIS의 구성

본 연구에서 제작한 MEIS는 이미 한국표준과학연구원에서 제작, 활용하고 있는 이온 주입기에 부착하여 설치하였다. Fig. 1은 MEIS를 구성하고 있는 각 부분의 기능을 도식적으로 나타낸 계통도이다.

본 실험에서 사용한 이온원은 독일의 GSI사에서 개발한 CHORDIS(Danfysik model 920-4) 이온원이다[4]. 이것은 열전자에 의한 플라스마형으로 수소, 헬륨, 산소 등 대부분의 기체와 철, 구리, 코발트 등 주기율표 상의 대부분의 원소를 이온으로 만들 수 있으며, 이온원 자체에서 최고 50 keV 가속된 이온을 추출할 수 있게 하였다. 최대자기장의 세기가 1.1 T인 90° double focusing 질량분석기를 사용하여 생성된 이온 중에서 원하는 이온을 분

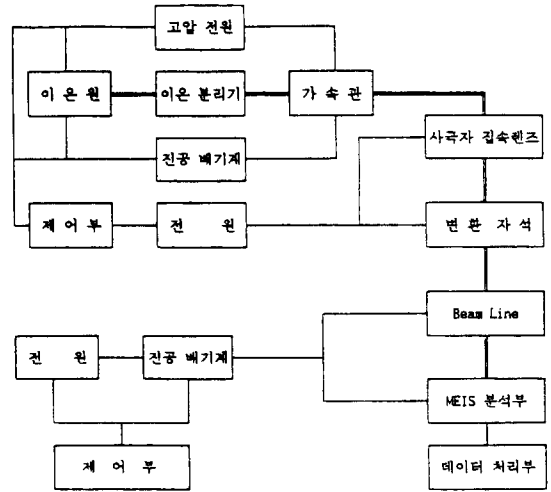


Fig. 1. A systematic diagram of the medium energy ion scattering spectroscopy.

리하도록 하였다. 가속관은 절연물과 금속전극의 조합으로 구성되어 있으며 방전과피를 방지하기 위하여 몇 개의 단을 서로 겹치게 하였고, 최대로 가속할 수 있는 에너지는 150 keV 이다. 이온빔을 전 자기적으로 집속시키는 3중 4극자집속 렌즈(triplet quadrupole magnetic lens)와 이온빔을 좌측으로 10°, 우측으로 30° 편향시키는 변환자석(switching magnet)을 사용하였다. 이온원 부분과 가속관은 티보분자 펌프(880 l/s), 확산 펌프(800 l/s)등을 사용하여 10⁻⁷ torr의 고진공을 유지하였다.

평행한 빔을 얻기 위하여 길이 1760 mm인 빔관(beam line)의 양 쪽에 지름이 2 mm인 칸막이판(diaphragms)을 좌우로 0.05 mm 간격으로 정밀하게 조절할 수 있는 x-y stage에 설치하였다. 빔 alignment가 된 상태에서 빔 발산은 0.1° 이하였다. 또한 빔관의 마지막 단에 크기 0.5×1.0 mm²의 슬릿을 설치하여 빔의 크기를 결정하였다. MEIS 빔관은 이온 펌프(120 l/s)를 사용하여 1×10⁻⁹ torr의 초고진공을 유지하였다.

MEIS는 주용기(main chamber), 시료 조절기(sample manipulator), toroidal 정전형 에너지 분석기(toroidal electrostatic energy analyser: TEA), 위치 민감검출기(position sensitive detector: PSD) 등으로 구성하였으며, Fig. 2는 본 연구에서 제작한 MEIS의 개략도이다. 구입하여 사용된 이온원, 질량분석기, TEA, PSD, 시료 조절기를 제외한 모든 주요 부품들을 자체 제작하여 전체 장비를 구성하였다.

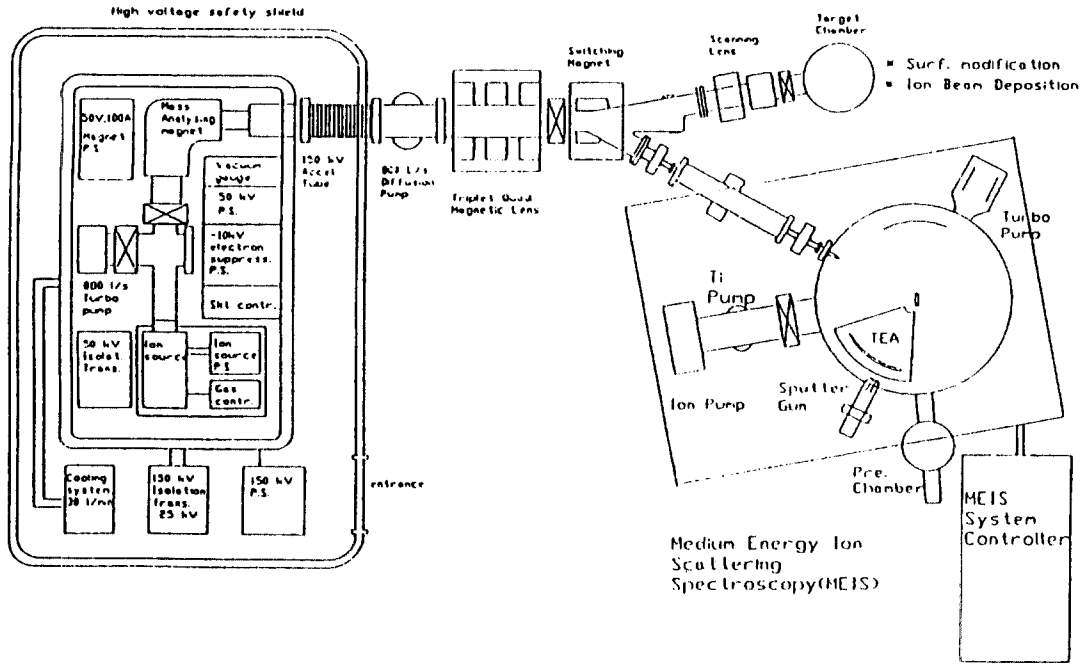


Fig. 2. A schematic diagram of the medium energy ion scattering set-up.

주용기는 내부 지름이 542 mm, 내부 높이가 550 mm 인 스테인레스 강철을 사용하여 제작하였다. 용기 내부에는 TEA를 회전시킬 수 있는 회전대를 설치하였다. 회전대에 장치된 TEA는 시료로부터 산란된 이온을 원하는 각도 영역에서 측정할 수 있고 실험시 회전 가능한 각은 130°이다. 회전대는 되먹임 제어를 통하여 stepping 모터 제어기로 정밀하게 조정된다. 시료의 병진, 회전, 기울기를 조절하기 위하여 고정밀 시료 조절기를 용기 바닥의 중심에 설치하였다.

용기에는 1~10 keV의 이온총, 시료 준비 용기, 저 에너지 수소 이온원들을 부착하였다. 주 용기는 터보 분자 펌프(400 l/s), ion pump(240 l/s), 티타늄 승화 펌프를 설치하여 1×10⁻¹⁰ torr의 초고진공을 유지하였다. 시료 도입 용기를 이용하여 30분 이내에 시료를 도입할 수 있다.

시료 받침대(sample holder)는 저항 가열법에 의하여 시료를 가열할 수 있도록 하였다. 가열온도는 1분 동안 최고 1200°C 까지 가능하다. 시료 조절기는 시료를 R1, R2 및 T1의 세 방향으로 회전시킬 수 있다. 첫번째 회전(R1)은 시료 조절기 축을 중심으로 360°(0.018°/step)회전할 수 있고, 두번째 회전(R2)은 시료 표면의 수직방향을 중심으로 200°(0.0125°/step)까지 회전 가능하다. 세번째 회전(T1)은 시료표면의 수직방향을 중심으로 하여 위

아래의 기울기로 회전각은 ±3.5°(0.0071°/step)이다. 이러한 시료의 회전과 기울기는 진공계의 외부로부터 되먹임 제어를 통하여 stepping 모터 제어기에 의해 정밀하게 조절된다. 또한 시료의 빔 위치를 이동시키기 위하여 세 방향으로 병진이동 할 수 있도록 하였으며, 이동 거리는 x, y, z=10 mm(0.01 mm/setpoint)이다.

TEA는 Fig. 3과 같이 2개의 toroidal형의 알루미늄 전극으로 구성되어 있으며, 그 위에 출구 슬릿과 2개의 micro channel plates(MCP), PSD가 설치되어 있다. TEA는 10~333 keV 사이의 에너지를 갖는 산란이온을 30°의 각도 영역에 걸쳐 산란이온을 검출할 수 있다. TEA의 중심 통과 에너지는 분석기의 두 전극에 가해진 전압에 비례하는데 통과 에너지는 다음 식으로 주어진다[5].

$$\text{통과 에너지(eV)} = \frac{100 \text{ keV}}{6 \text{ kV}} \times \text{전극의 전압(V)}$$

이러한 통과 에너지는 컴퓨터에 의하여 조정된다. 각각의 MCP는 입사이온당 10⁶개의 전자를 발생하여 전자를 증배한다. 본 연구에서 사용된 PSD는 2차원으로 두 개의 3각형 전극이 서로 역으로 연결된 형태로 배열되어 있고 각각의 3각형 전극은 축전기와 저항의 조합으로 이루어져 있다. PSD와 MCP가 설치된 TEA와 시료

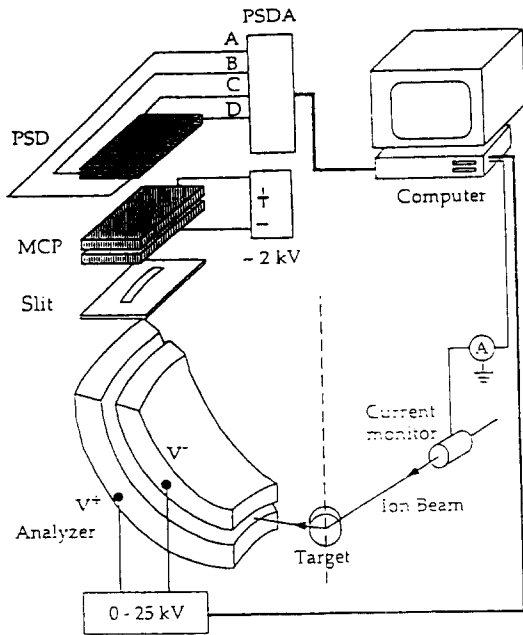


Fig. 3. A schematic diagram of the medium energy ion scattering detector hardware. The detector consists of two toroidal electrodes, a beam exit slit, a two micro channel plates(MCP) assembly, a two-dimensional position sensitive detector(PSD) and detector analyzer(PSDA), controlled by a 486 personal computer.

조절기는 네덜란드의 High Voltage Engineering, Europa로 부터 구입하였다. 2차원 PSD의 네 꼭지점에서 얻은 신호는 position sensitive detector analyzer(Quantar Technology Incorporated, model 2401B)인 데이터 처리 시스템을 이용하여 각각 에너지와 각도의 데이터로 컴퓨터로 처리한다. 2차원 PSD를 사용하여 산란각 30°의 폭으로 TEA를 통과하는 에너지의 2%에 해당하는 에너지를 검출할 수 있다. 산란이온의 에너지 스펙트럼과 각도 스펙트럼을 동시에 검출이 가능하기 때문에 실험시간을 단축하여 빔에 의한 시료의 손상을 줄일 수 있으며, 잔류 기체에 의한 시료의 오염을 줄일 수 있다.

2.2 실험 방법

2.2.1 에너지 분해능 측정

에너지 분해능은 사용하는 각종 전원의 안정성, 입사 이온빔의 직진성, 에너지 분석기의 alignment, 에너지 분석기의 자체분해능 등 여러 가지 요인에 의해서 결정된다. 따라서 이러한 모든 요인들이 최상의 조건을 유지해야 한다.

본 연구에서는 He-Ne 레이저를 이용하여 이온원과 beam line 및 에너지 분석기가 같은 높이의 동일 평면상에 위치하도록 정렬한 후 80 keV로 가속한 H⁺ 이온을 1차 이온으로 사용하여 에너지 분해능을 측정하였다. 에너지 분석기를 통과하는 이온의 에너지는 앞에서 언급한 바와 같이 TEA에 공급해주는 전압에 비례하므로 TEA의 양단에 공급해주는 전압을 변화시켜가면서 통과하는 이온의 전류분포를 측정하면 에너지 분해능을 구할 수 있다.

TEA를 통과한 이온의 전류를 측정하기 위하여 MCP 대신에 집속기를 설치하고 TEA에 80 keV H⁺ 이온을 입사시켰으며, TEA양단에 공급해주는 전압을 4640 V에서 4670 V까지 2 V 간격으로 증가시키면서 TEA를 통과하여 집속기에 도달하는 H⁺ 이온의 전류를 측정하였다. 이 때 집속기에 검출된 빔의 전류는 2~3 nA이었다. 이온빔이 TEA중심을 지날 때 가해진 전압과 빔이 TEA를 통과할 때 가해진 전압 폭의 비로부터 에너지 분해능을 측정하였다. TEA 검출각도폭 30°영역에서의 에너지 분해능을 검사하기 위하여 TEA를 2°씩 변화시키면서 에너지 분해능을 측정하였다.

2.2.2 Ta₂O₅의 에너지 손실인자(Energy Loss Factor) 결정

에너지 손실인자[6]는 깊이분포에 관한 정보를 얻기 위해서는 반드시 알아야 하는 매우 중요한 인자이다. 따라서, 본 실험에는 제작된 MEIS장치의 깊이분해능을 알아보기 위하여 Si기판위에 ion beam assisted deposition 방법으로 증착된 300 Å 두께의 Ta₂O₅ 시료를 사용하여 에너지 손실 인자를 측정하였다. 비정질 Ta₂O₅ 시료는 우수한 유전특성을 가질 뿐만 아니라 스퍼터링에 의한 깊이 분포 측정시에는 결정방향에 의한 효과가 없기 때문에 표준시료로 널리 사용되고 있다[7]. 측정방법은 TEM을 사용하여 두께를 확인한 표준시료를 가지고 표면에 수직인 방향으로 부터 30° 방향으로 60 keV H⁺ 이온을 시료에 입사한 후 산란각이 90°되는 위치에서 스펙트럼을 얻었다.

2.2.3 2 차원 스펙트럼 분석

MEIS는 시료의 깊이분포 측정 뿐만 아니라, 원자구조를 밝혀내는데도 유용한 장치로 알려져 있다. 본 실험에서는 double alignment기법[2]을 이용하여 Si(100)표면의 원자구조 및 구성원소의 성분을 조사하였다. 따라서 본 실험에서는 Si(100)의 재구성된 표면구조 보다는 일반적으로 MEIS를 가지고 쉽게 얻을 수 있는 정보를 중

심으로 실험하였다.

실험에서 사용한 시료는 자연산화층이 있는 Si(100) wafer를 10×10 mm² 크기로 잘라서 메틸알콜로 세척한 후에 진공용기에 설치하였다.

이미 언급한 바와 같이 MEIS는 에너지와 각도 스펙트럼을 동시에 얻을 수 있다.

먼저 random incidence direction 실험으로서, Si(100) 면의 azimuth angle을 6° 돌린다음 [111]방향으로 H⁺ 이온(97.5 keV)을 입사시켰다. Si(100)면으로부터 산란된 H⁺ 이온을 2차원 위치민감 검출기로 검출하여 2차원 스펙트럼을 얻었다. 스펙트럼 으로부터 blocking dip 위치를 관찰하고, 각도에 대한 intensity분포를 살펴보았다. Channeling direction 실험으로는 double alignment 방법을 이용하여 2차원 스펙트럼을 얻었으며, 에너지에 따른 intensity분포를 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 4는 TEA의 중심위치에서 측정된 에너지 분해능을 나타낸다. 중심통과 에너지에 해당하는 전극의 전압 4657 V와 반폭치 17 V의 비로부터 에너지 분해능 $\Delta V/V=3.6 \times 10^{-3}$ 을 구하였다. 에너지 분해능은 Fig. 5와 같이 TEA의 입사각(acceptance angle) 30°의 모든 범위에서 4×10^{-3} 이하임을 볼 수 있다.

깊이분해능을 알아보기 위하여 300 Å 두께로 증착된 Ta₂O₅ 시료를 사용하여 표면에 수직인 방향으로 부터 30° 방향으로 60 keV H⁺ 이온을 시료에 입사한 후 산란 각이 90°되는 위치에서 스펙트럼을 얻었다. 이 실험에서 얻은 스펙트럼을 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6의 반폭치

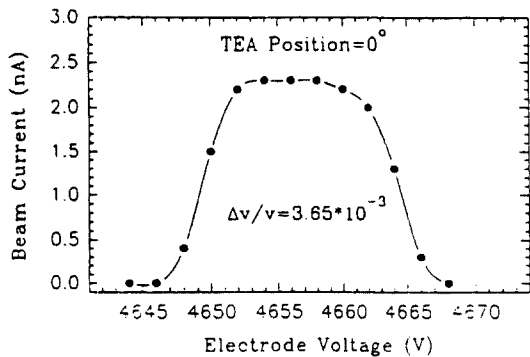


Fig. 4. Energy resolution of toroidal electrostatic energy analyser.

는 12.6 keV에 해당한다. 따라서 이 스펙트럼의 반폭치를 Ta₂O₅의 두께인 300 Å으로 나누어서 에너지 손실인자[S]값 42 eV/Å를 얻었다. 참고문헌[8]에서 인용한 값인 20.6 eV/(10¹⁵ atoms/cm²)과 본 실험에서 구한 19.0 eV/(10¹⁵ atoms/cm²)값과 비교하여 약 10% 이내의 오차가 있음을 알았다. 이 에너지 손실인자는 Fig. 6에서 에너지축을 길이로 바꾸는데 이용된다. 또 스펙트럼의 leading edge로부터 16%에서 84%까지 취하면 에너지 분해능은 410 eV가 된다. 이를 깊이분해능으로 환산하면 9.7 Å이 된다. 이로부터 제작된 MEIS장치의 깊이 분해능은 Ta₂O₅의 경우에 10 Å보다 좋음을 알 수 있었다.

2-D MEIS 스펙트럼은 100 keV H⁺ 이온을 시료의 표

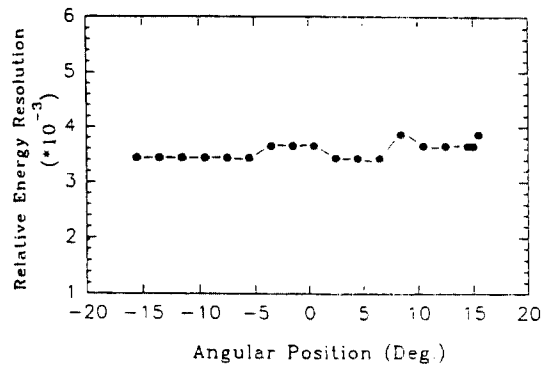


Fig. 5. Relative energy resolution as a function of angular position of TEA.

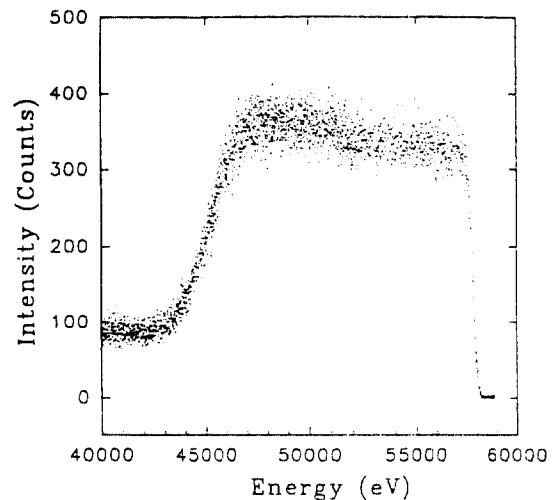


Fig. 6. The MEIS spectrum for a 300 Å amorphous Ta₂O₅ thin film on Si(100) taken with 60 keV H⁺ ions at the 90° scattering angle.

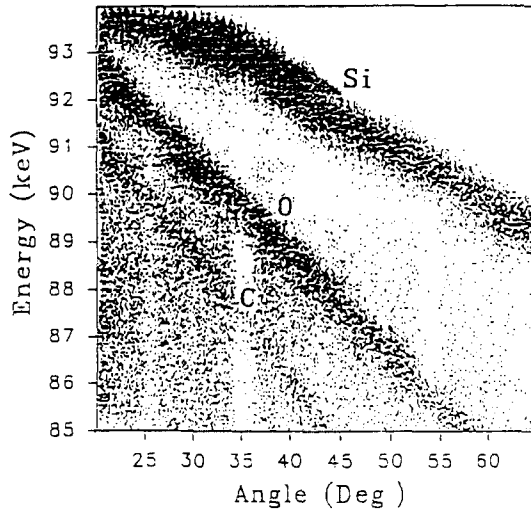


Fig. 7. A 2 dimensional MEIS spectrum of Si(100) covered with native oxide layers obtained at the double alignment condition.

면에서 35.3° 방향(Si $[\bar{1}11]$ 방향)으로 입사시켜서 산란 각이 70.5° 되는 위치에 검출기를 위치하여 얻었다.

Fig. 7은 double alignment 조건에서 Si(100)에서 얻은 2차원 MEIS 스펙트럼의 예이다. Fig에서 x축은 시료 표면으로부터의 각도를 나타내고 y축은 에너지를 나타낸다. 일정한 에너지와 각도에서의 산란 세기는 명암으로 나타내며, 이 스펙트럼으로부터 원하는 에너지 스펙트럼이나 각도 스펙트럼을 얻을 수 있다.

에너지가 큰 쪽에서 검게 나타난 부분이 Si의 표면피크이고, 희게 나타난 부분 다음에 검은 띠가 나타나는 것이 자연산화층에 있는 산소피크이다. 세번째 있는 검은 띠는 표면 산화층에 불순물로 포함되어 있는 탄소피크이다. 일반적으로 알려진 약 20 \AA 내외의 두께인 자연산화층을 충분히 분석할 수 있었다. 한편 에너지축 방향으로 희미하게 나타나는 것이 blocking dip으로 입사각의 대부분이 channeling되기 때문에 희미하게 나타난다. 35° 부근에 나타나는 blocking dip은 $[\bar{1}11]$ 방향의 결정축에 대한 것이다. 이러한 blocking dip을 이용하면 앞으로 원자구조에 관한 정보를 얻을 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 깊이분석에 있어서 비파괴적인 분석이

가능하고 에너지 분해능과 검출효율이 아주 좋은 중 에너지 이온산란 분광(MEIS)장치를 제작하였고, MEIS 장치의 에너지 분석기는 toroidal electrostatic energy analyser를 사용하여 에너지 분해능 $\Delta E/E=3.6 \times 10^{-3}$ 을 얻었다. 그리고 two dimensional position sensitive detector를 설치하여 acceptance angle 30° 와 central pass energy의 2%를 동시에 측정함으로써 실험시간을 단축하였다.

깊이분포에 대한 정보를 알 수 있는 에너지 손실 인자를 측정하기 위하여 $\text{Ta}_2\text{O}_5(300 \text{ \AA})/\text{Si}$ 의 표준시료를 사용하였으며, MEIS 스펙트럼으로부터 에너지 손실 E를 측정하여 Ta_2O_5 의 에너지 손실 인자 [S]값 42 eV/\AA 를 구하였다. 또한 이 스펙트럼의 leading edge로부터 구한 MEIS의 깊이분해능이 10 \AA 이하임을 알 수 있었다.

Native oxide층이 있는 Si(100)표면을 double alignment 방법을 이용하여 얻은 MEIS의 2-D 스펙트럼으로부터 Si의 표면피크와 native 산소피크, 탄소피크 등이 뚜렷이 분리됨을 보았다.

감사의 글

본 연구는 과학기술처, 통상산업부 및 분자과학센터로부터 연구비 지원에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

1. W. A. Grant, *Methods of Surface Analysis*, edited by J. M. Walls(Cambridge University, Cambridge, 1987) p. 229.
2. J. F. van der Veen, *Surf. Sci. Rep.* **5**, 199 (1985).
3. R. M. Tromp, in *Practical Surface Analysis*, edited by D. Briggs and M. P. Seah(John Wiley, Chichester, 1992) Vol. 2, chap. 10.
4. E. Keller, US patent 4, 562, 355.
5. R. G. Smeenk, R. M. Tromp, H. H. Kersten, A. J. H. Boerboom and F. W. Saris, *Nucl. Instrum. Methods* **195**, 581 (1982).
6. W. K. Chu, J. W. Mayer and M. A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, (Academic Press, New York, 1978) p. 61.
7. J. B. Malherbe, S. Hofman and J. M. Sanz, *Appl. Surf. Sci.* **27**, 355 (1986).
8. H. H. Andersen and J. F. Ziegler, *The Stopping Power and Ranges of Ions in Matter*(Pergamon, New York, 1977) Vol. 3.