

固体内元素の極低濃度マッピング ～ダイナミックSIMS～



橋新 剛¹, 吉岡昌雄², 三輪司郎^{1,3}



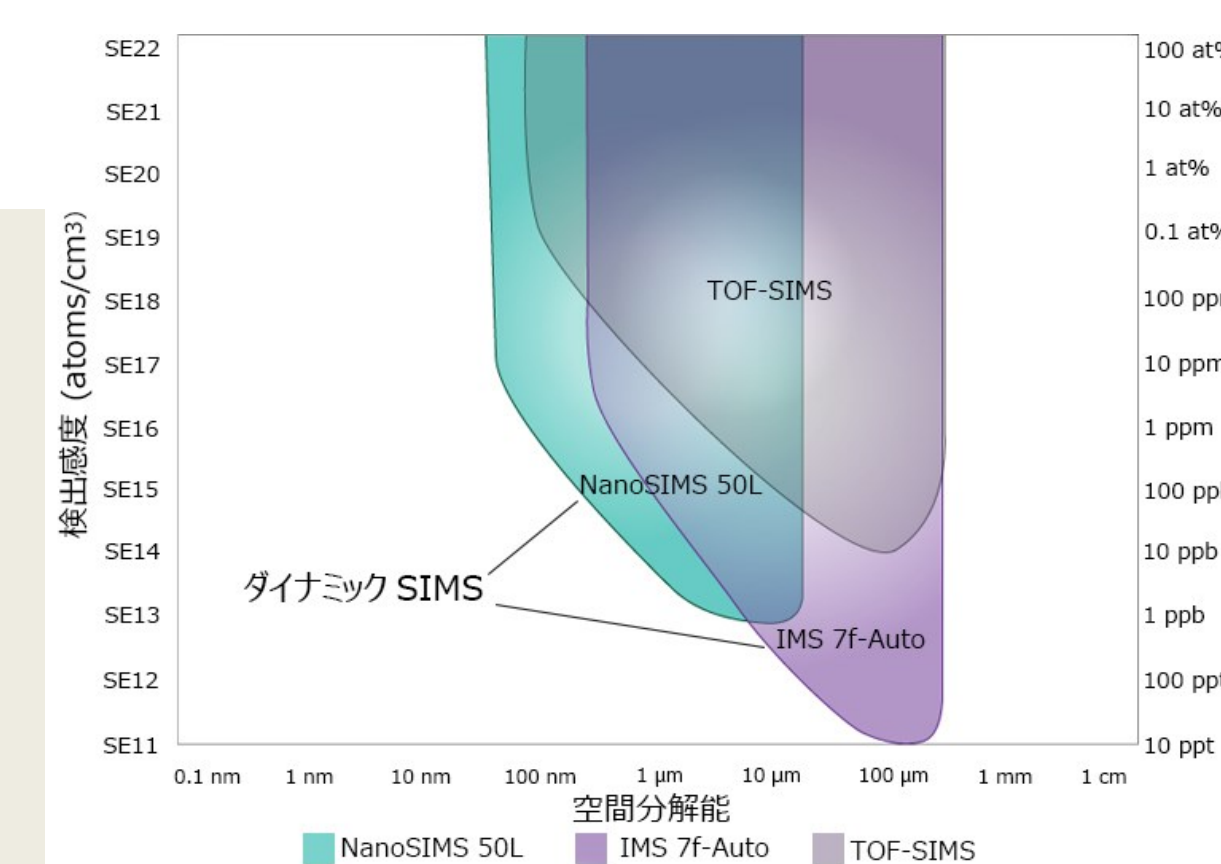
¹ 熊本大学 大学院先端科学研究部/産業ナノマテリアル研究所, ² 熊本大学技術部,
³ アメテック株式会社カメカ事業部アプリケーション部

技術のポイント

- ①高感度分析: ppm～ppbオーダーの検出感度
- ②元素分析: 周期律表の**全ての元素**が対象
- ③深さ方向分析: **深さ方向**の元素分布(**μm～nm**の範囲)
- ④面内分析: **面内**の元素分布
- ⑤同位体分析: **ミクロンオーダー**の領域

水素も含めた**元素・同位体の表面組成**を調べることができる。

- ・検出下限: ¹H (2.1E16 at/cc) in Si
¹²C (3.1E15 at/cmm) in Si
¹⁶O (2.2E16 at/cc) in Si
- ・空間分解能: 1.3～2.0 μm
- ・分析エリア: 面500 μm², 深さ200 μm

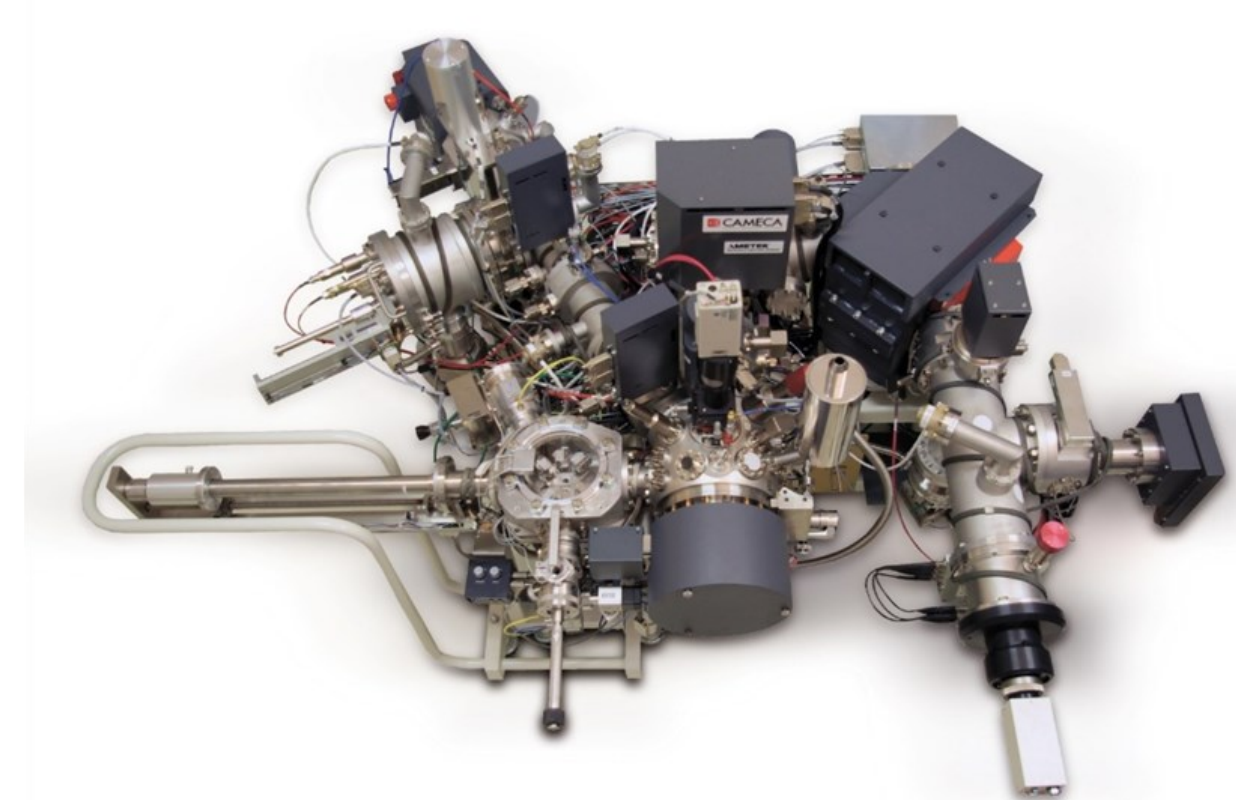


技術の紹介

一定量以上のイオンビームを連続的に試料に照射しスパッタリング減少により放出された二次イオンを質量分析計で選別し計測します。一次イオンビームには化学的に活性な**セシウム、酸素**を利用し、元素の深さ方向分析や**2次元/3次元イメージング**、元素の同位体分析(主として無機材料)を得意としている。また、連続イオンビーム照射による計測のため、TOF-SIMSと比較して、**分析に要する時間が大幅に短縮できます**。主に磁場型、あるいは四重極型のどちらかの質量分析計が利用されている(熊大SIMSは磁場型)。

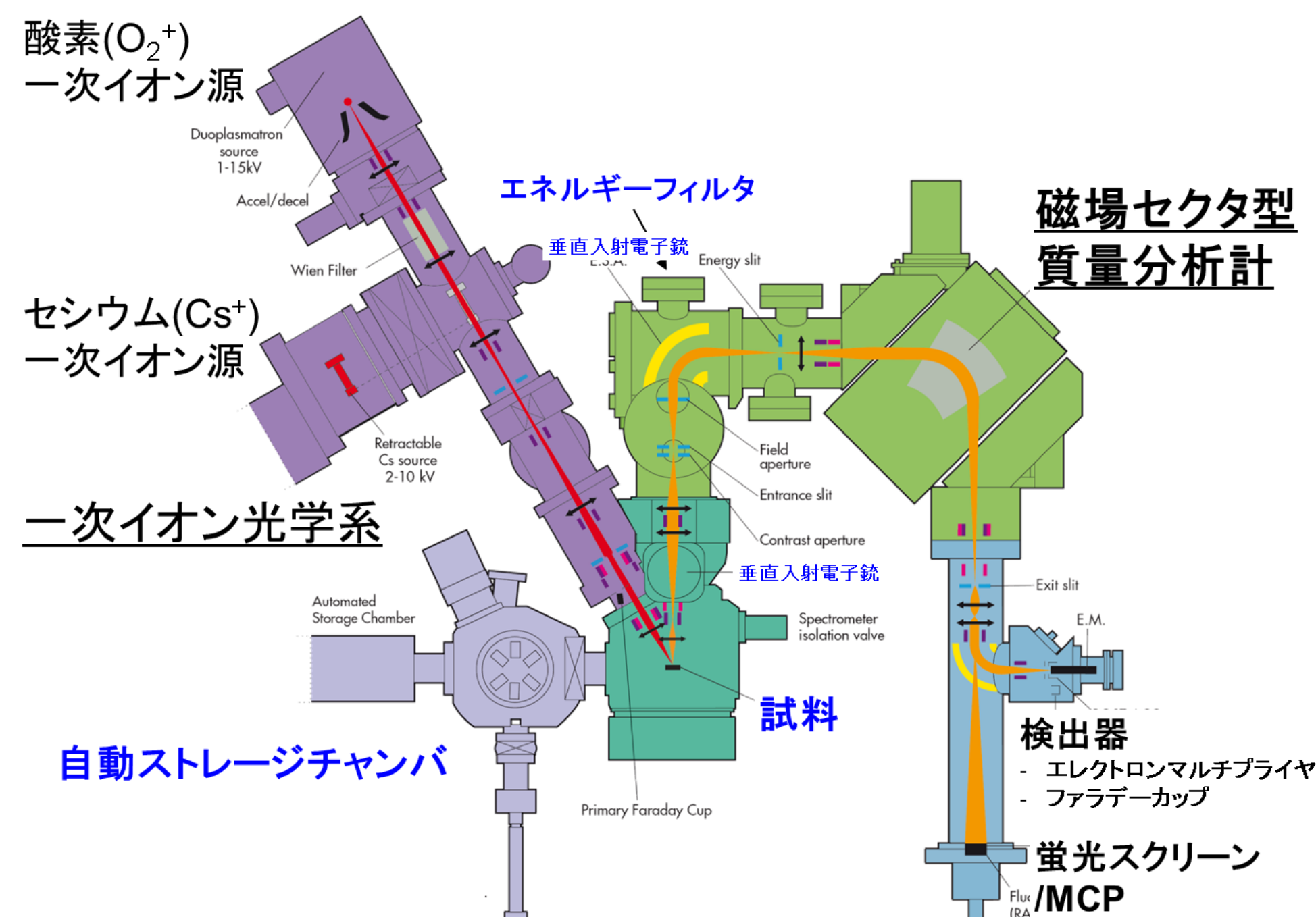
IMS 7f-Auto

磁場セクタ型ダイナミック二次イオン質量分析計(SIMS)

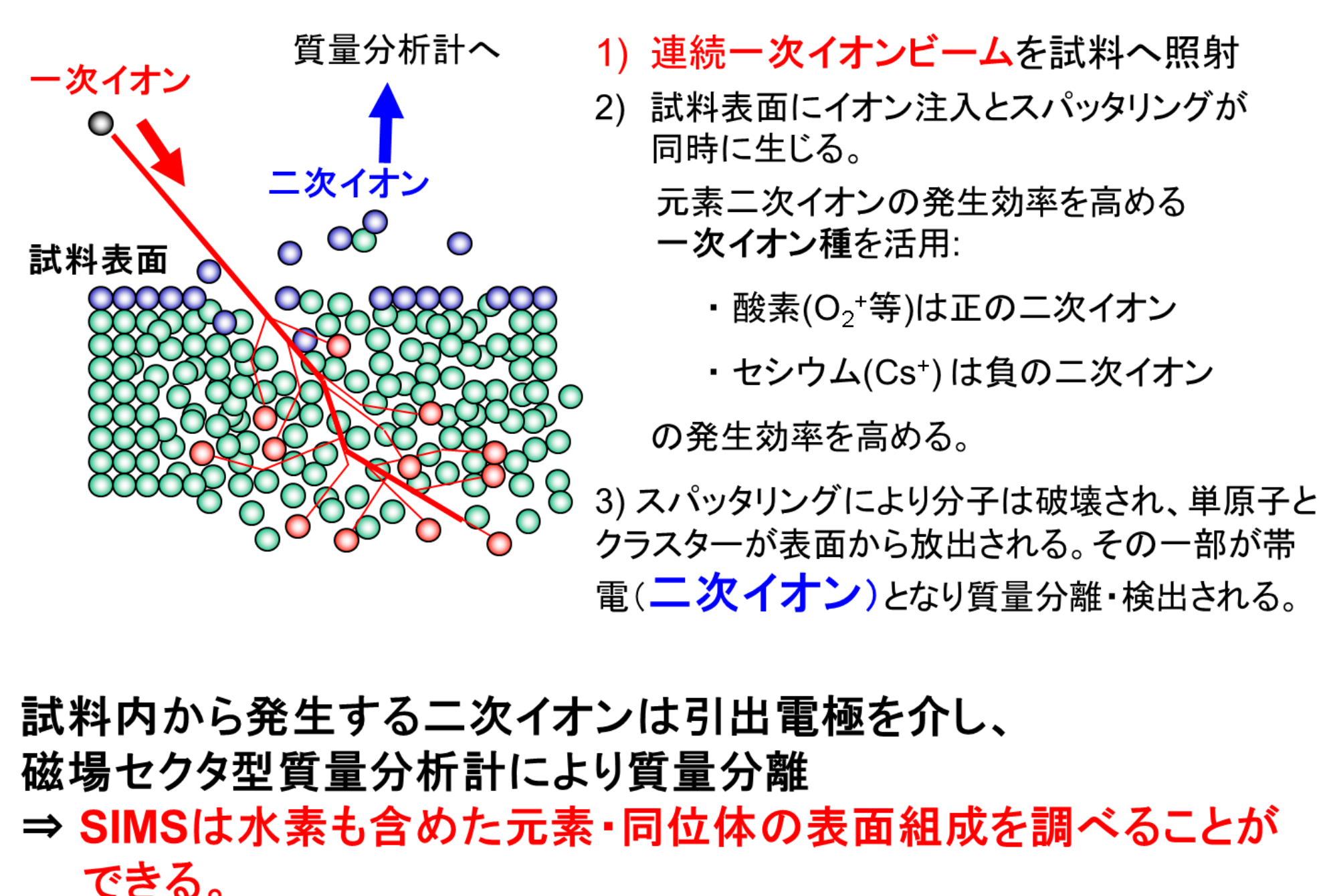


- 高質量分解能モードによる高感度元素分析
- 局所領域の高感度深さプロファイル・元素マッピング
- PC制御下、自動分析機能による高測定精度を実現

IMS 7f-Autoの概念図



ダイナミックSIMSの原理



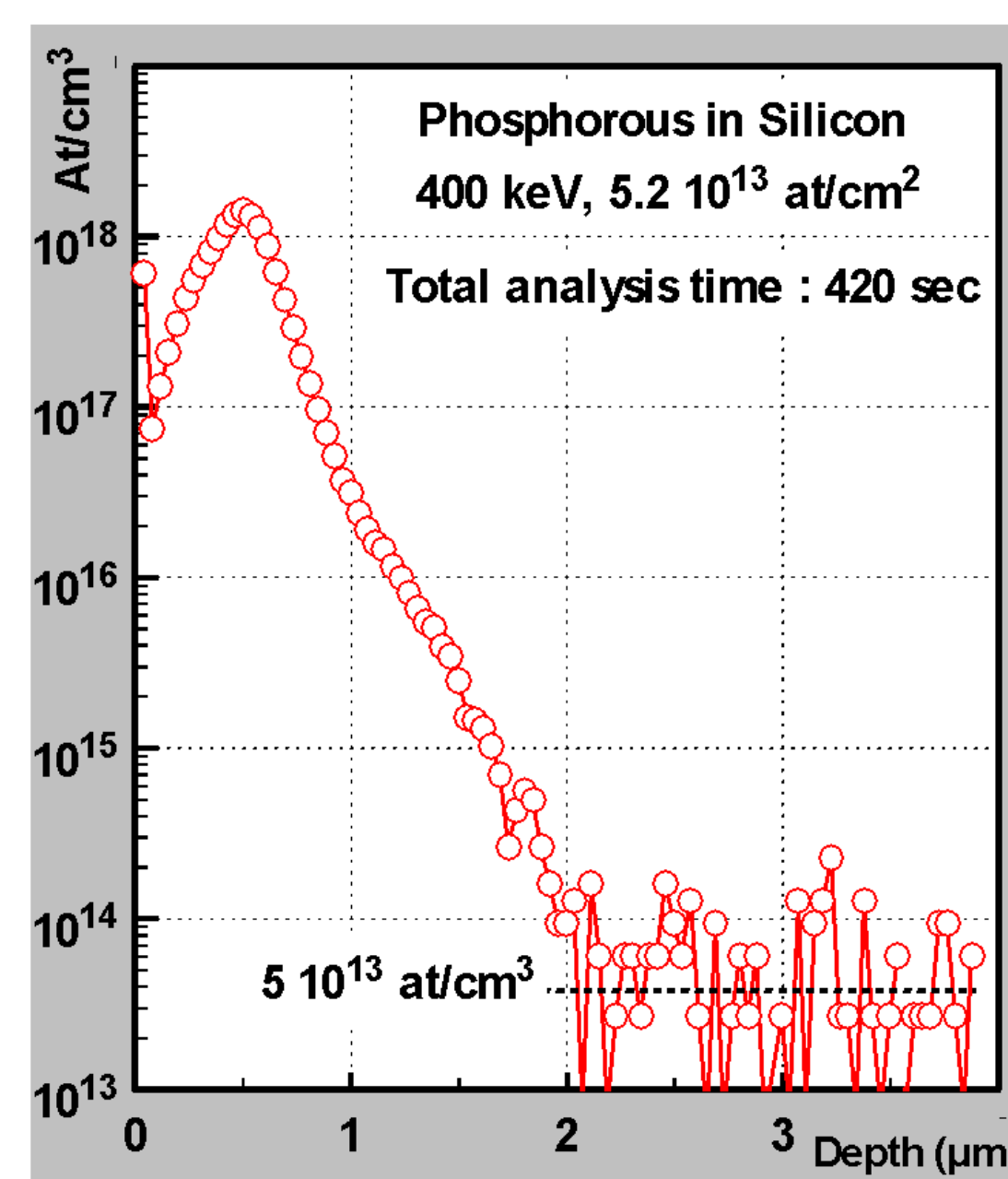
検出下限

母相	元素	検出限界 (at/cm ²) 5×10 ¹⁶ at/cm ² = 1 ppm 5×10 ¹³ at/cm ² = 1 ppb
Si 100 at.% = 5×10 ²² at/cm ²	H	7×10 ¹⁶
	C	3×10 ¹⁶
	N	5×10 ¹⁴
	O	6×10 ¹⁶
	B	1×10 ¹³
	F	5×10 ¹⁵
	Al	1×10 ¹⁴
	P	1×10 ¹⁴
	Cr	2×10 ¹³
	Fe	5×10 ¹⁴
	Ni	3×10 ¹⁴
	Cu	8×10 ¹⁴
	As	5×10 ¹³
	Ag	5×10 ¹⁴
	Pb	1×10 ¹⁴

深さプロファイル: Si中のPの分析例

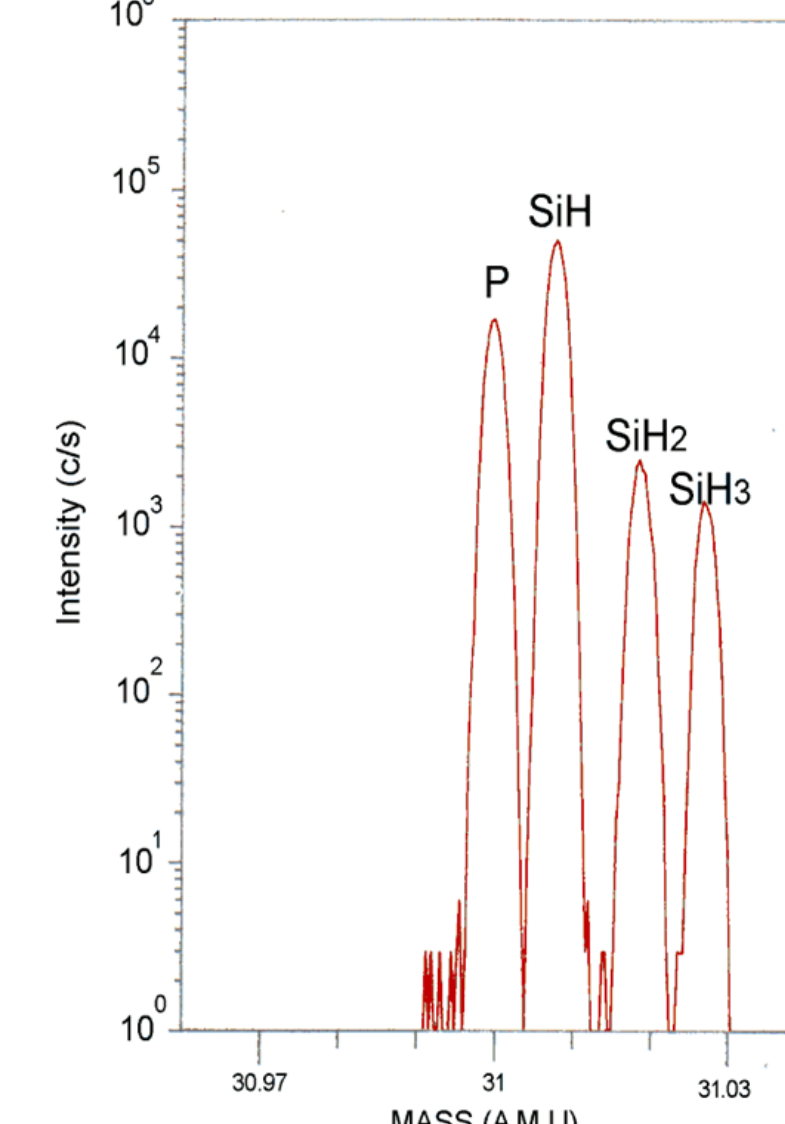
分析条件: 一次イオン Cs⁺ @14.5 keV, ~24°
試料: リンをイオン注入(400keV)したSi

- 高ダイナミックレンジ
- 高スパッタ速度 (～500nm/分)
- 高検出感度を達成 (～ppbオーダー)

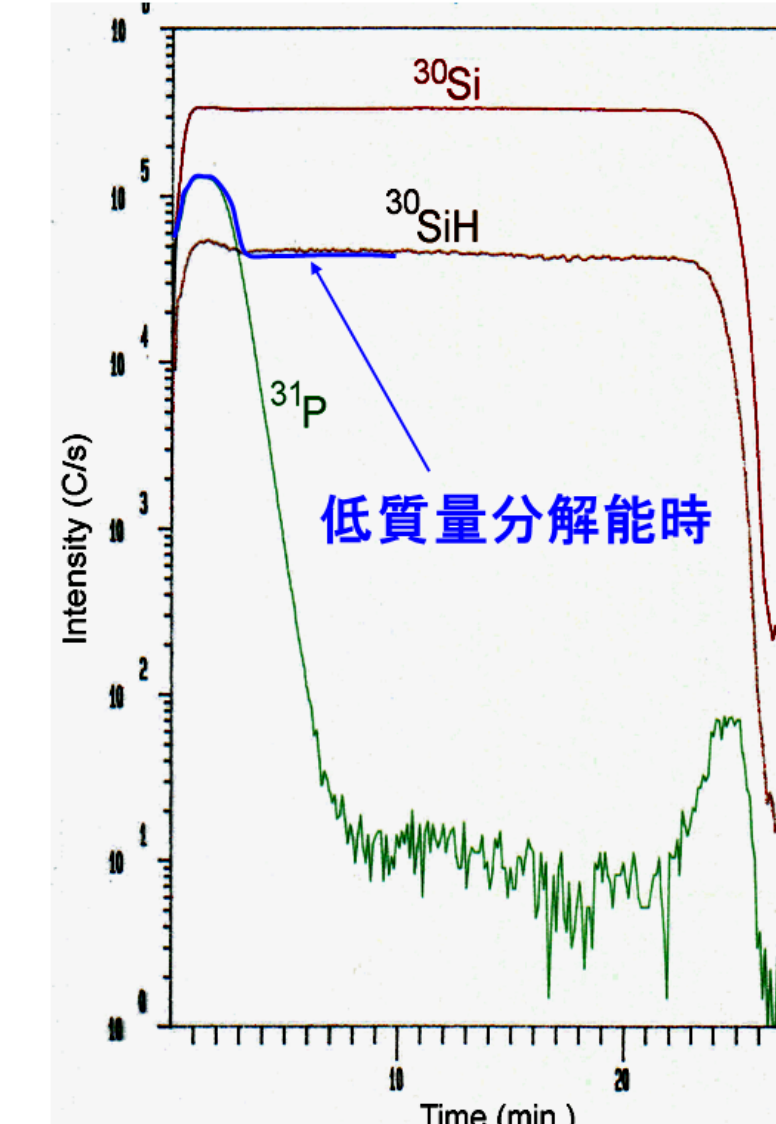


分析例: アモルファスSi中のP

低質量分解能時

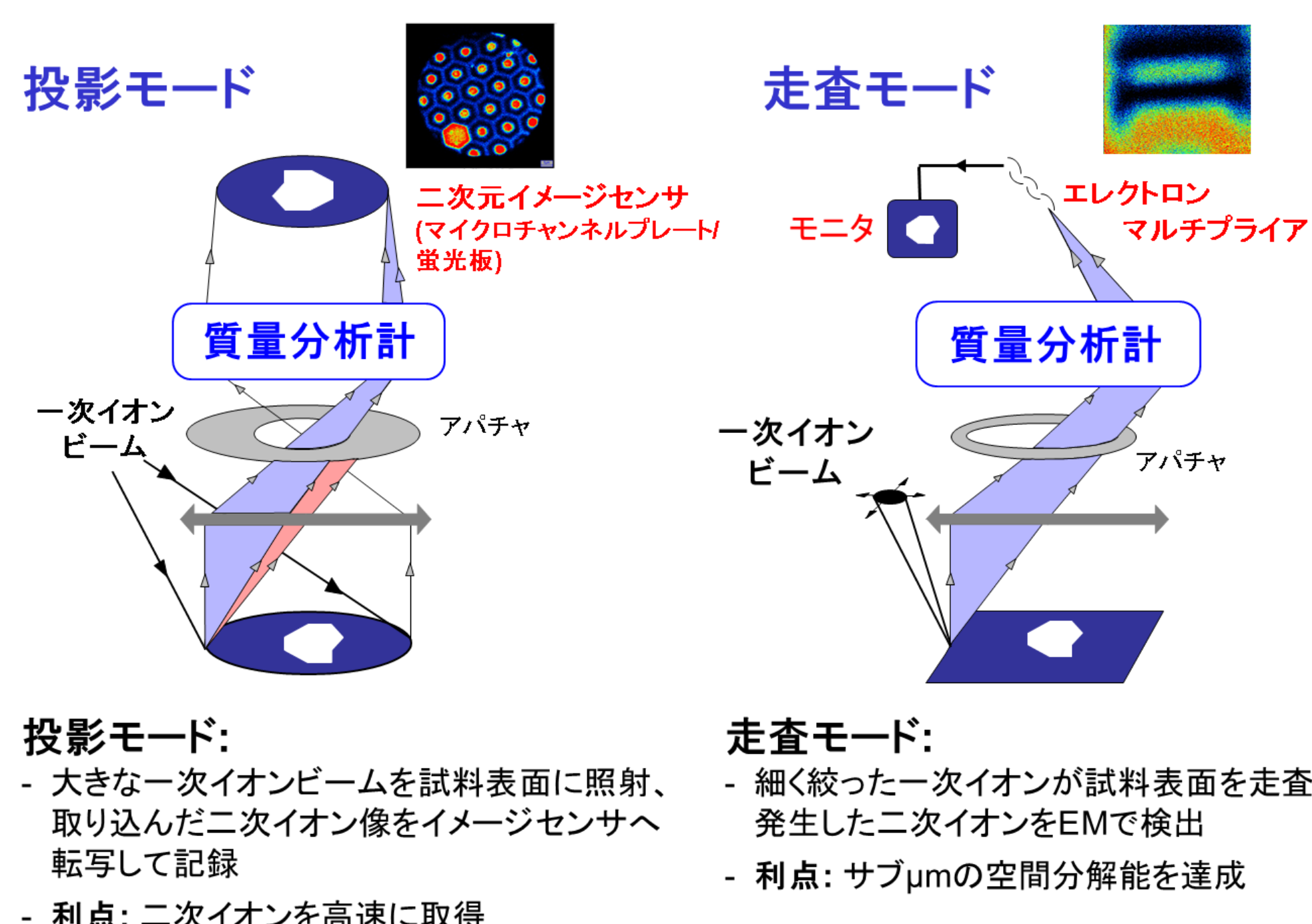


高質量分解能時

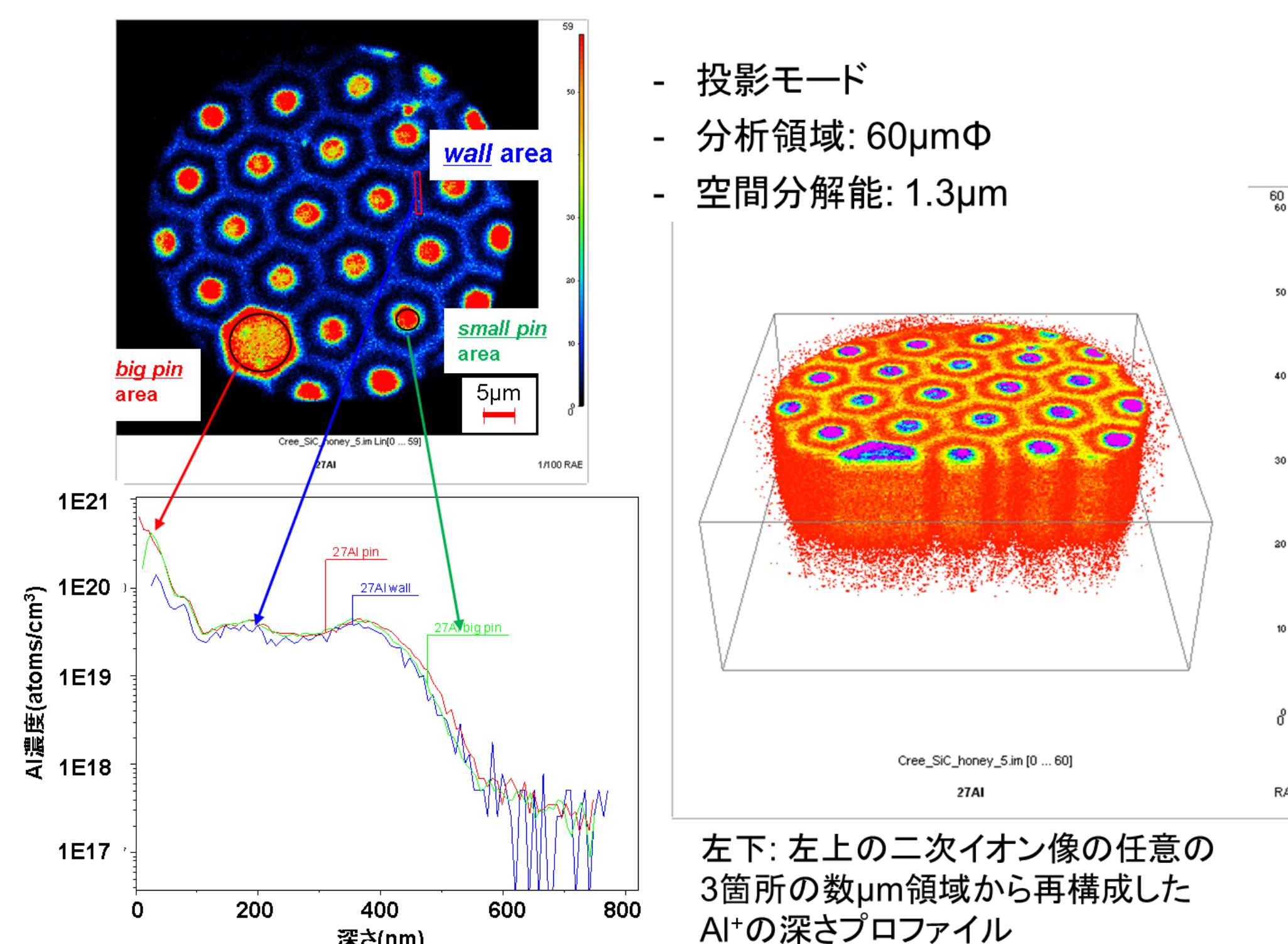


IMS 7fでは³¹Pに対する³⁰SiH等の干渉イオンを高透過率を保ちながら分離可能。(質量分解能はM/dm(10%定義)で20,000迄達成可能)

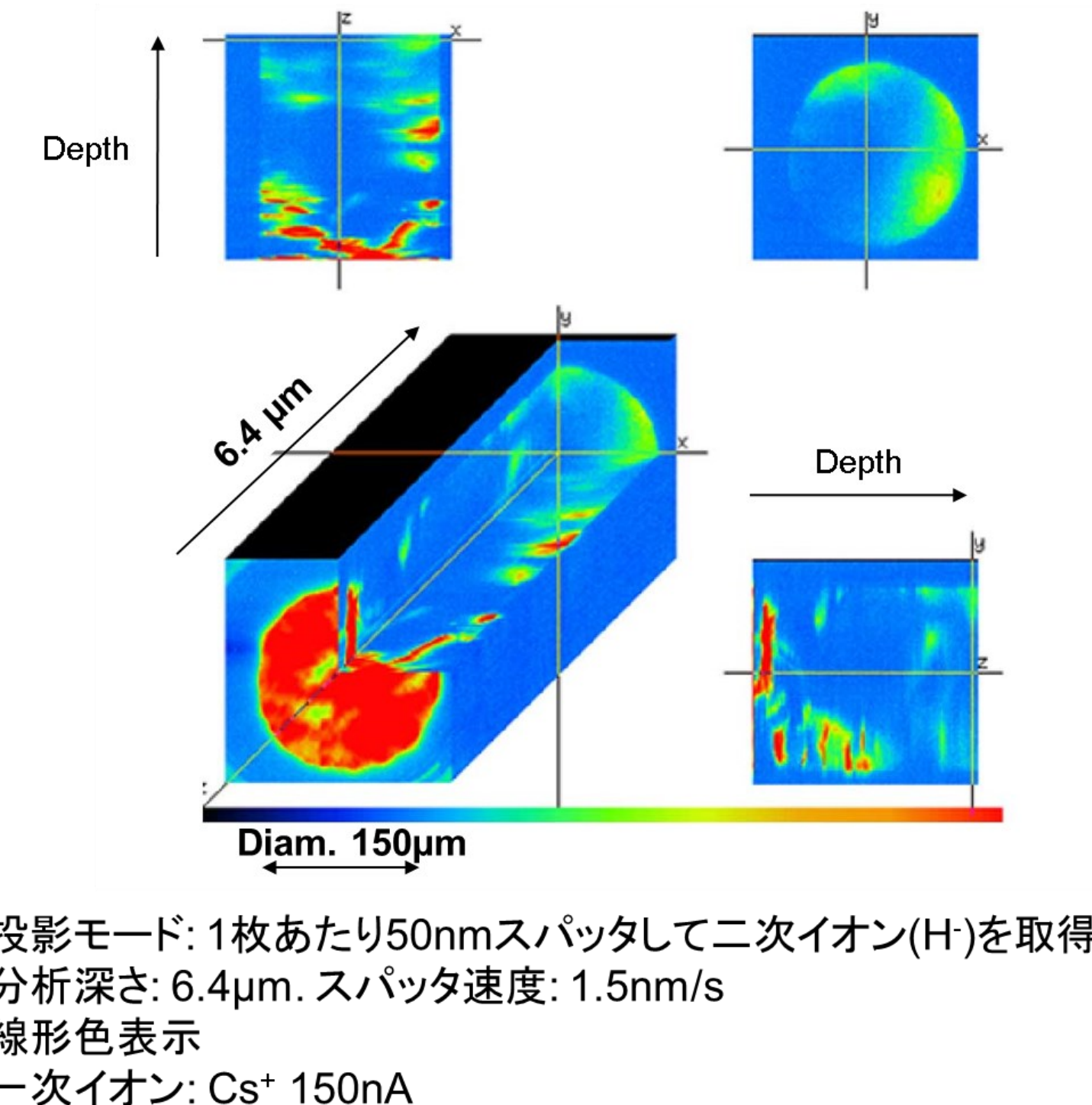
二次イオン像取得モード



SiC内のAl³⁺の3次元分布



3次元マッピング:鉄鋼中の水素



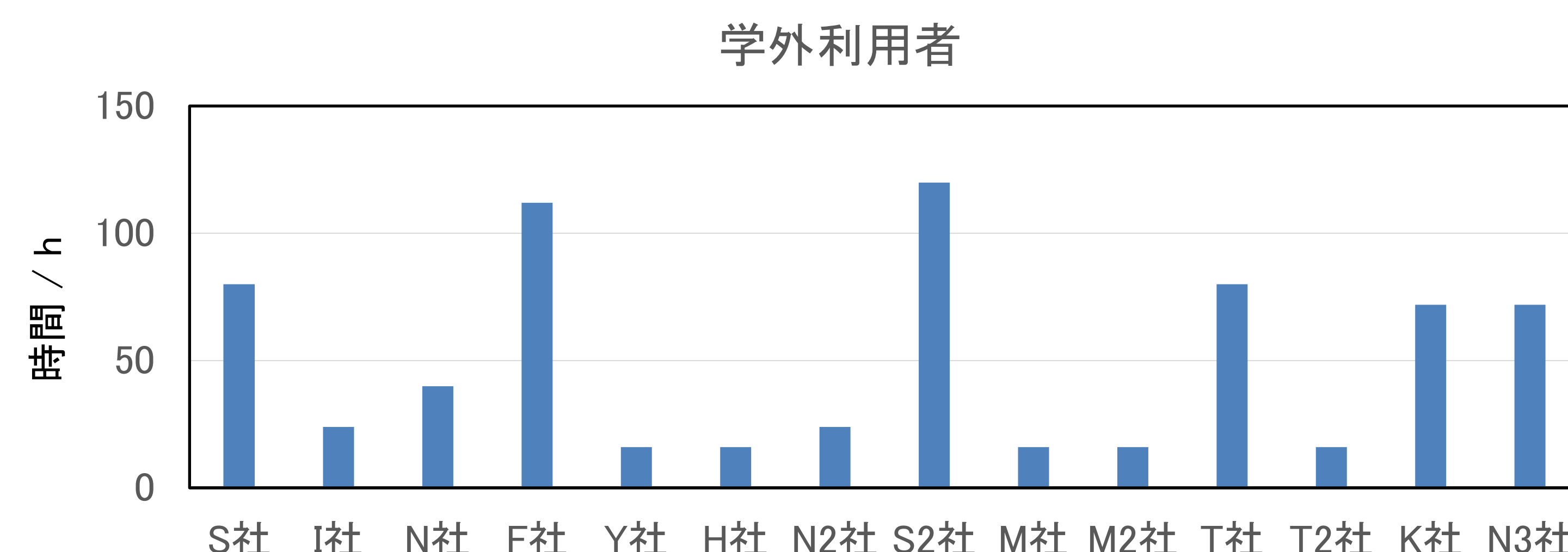
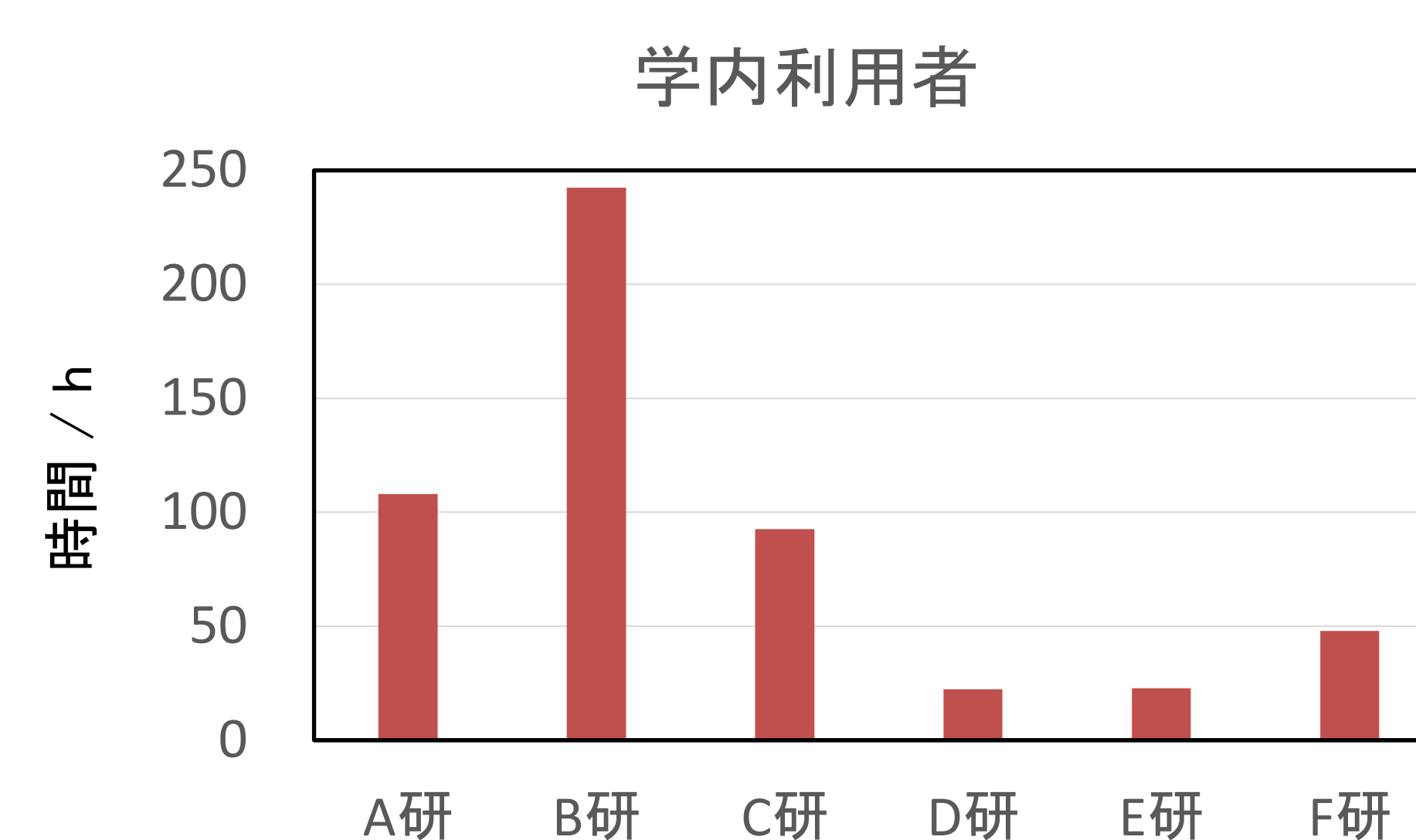
ENSIACET Data by courtesy of Dr. Claude Armand, INSA Toulouse, France

利用実績

2017 ～ 2020年度の利用実績として、学外延べ14社（704時間）、学内延べ7研究室（545時間）が使用しており、学外4社、学内5研究室が定常的に使用している。利用者との事前相談後に装置使用料（20万円/件）を受託試験費として納付いただいた後、測定を行っている。測定後は、利用者に生データと解析データを提供し、教員と装置メーカー担当者の考察結果を利用者に説明し、今後の試料の作製方法についてもアドバイスをを行っている。必要があれば、装置の一部を利用者の要望に沿ってアレンジしている。

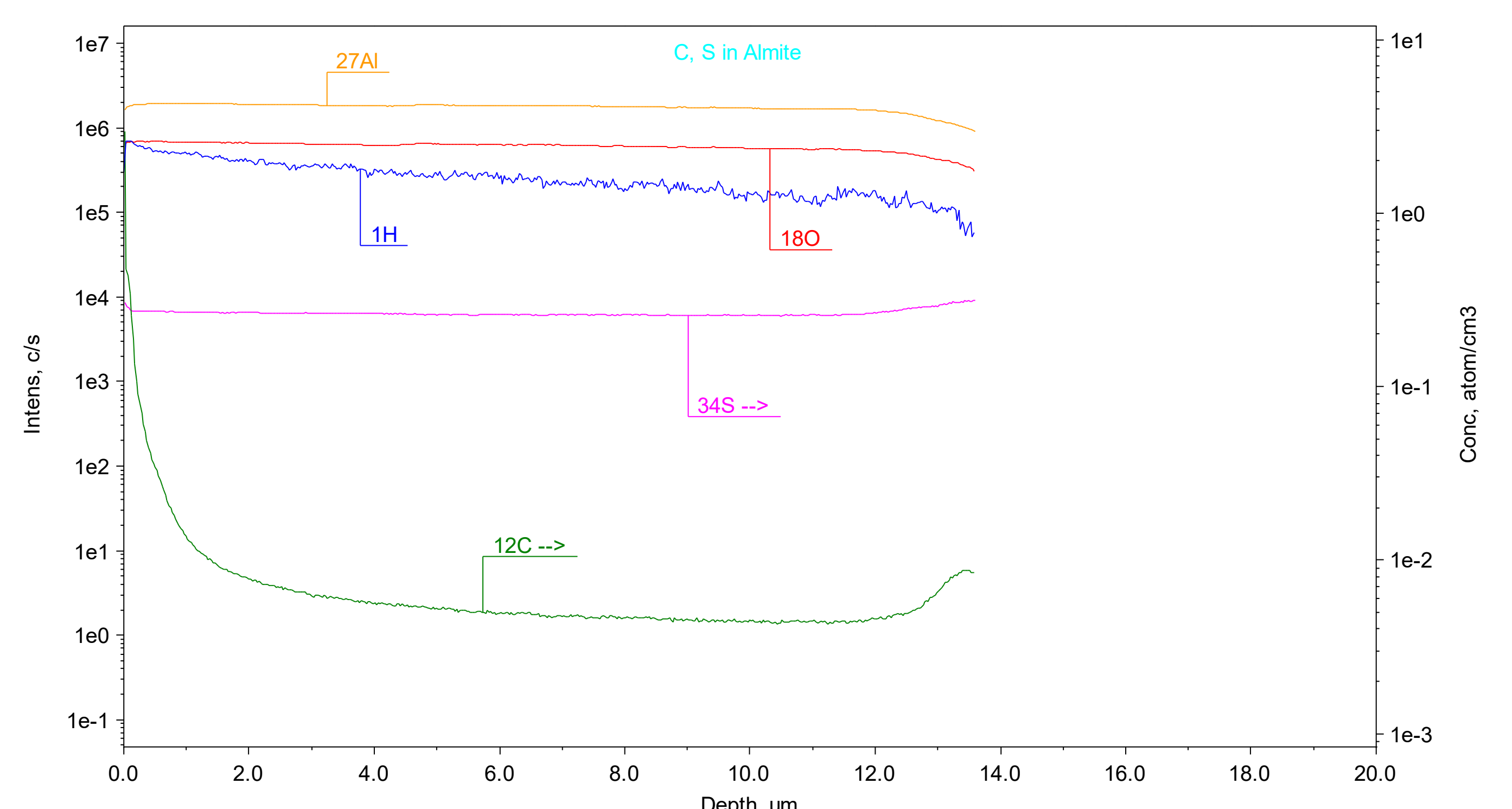
グループ数:14	
学外	時間数
S社	80
I社	24
N社	40
F社	112
Y社	16
H社	16
N2社	24
S2社	120
M社	16
M2社	16
T社	80
T2社	16
K社	72
N3社	72
合計	704

グループ数:7	
研究室	時間数
A研	108
B研	242
C研	93
D研	23
E研	23
F研	48
G研	9
合計	545



ダイナミックSIMSで得られた成果

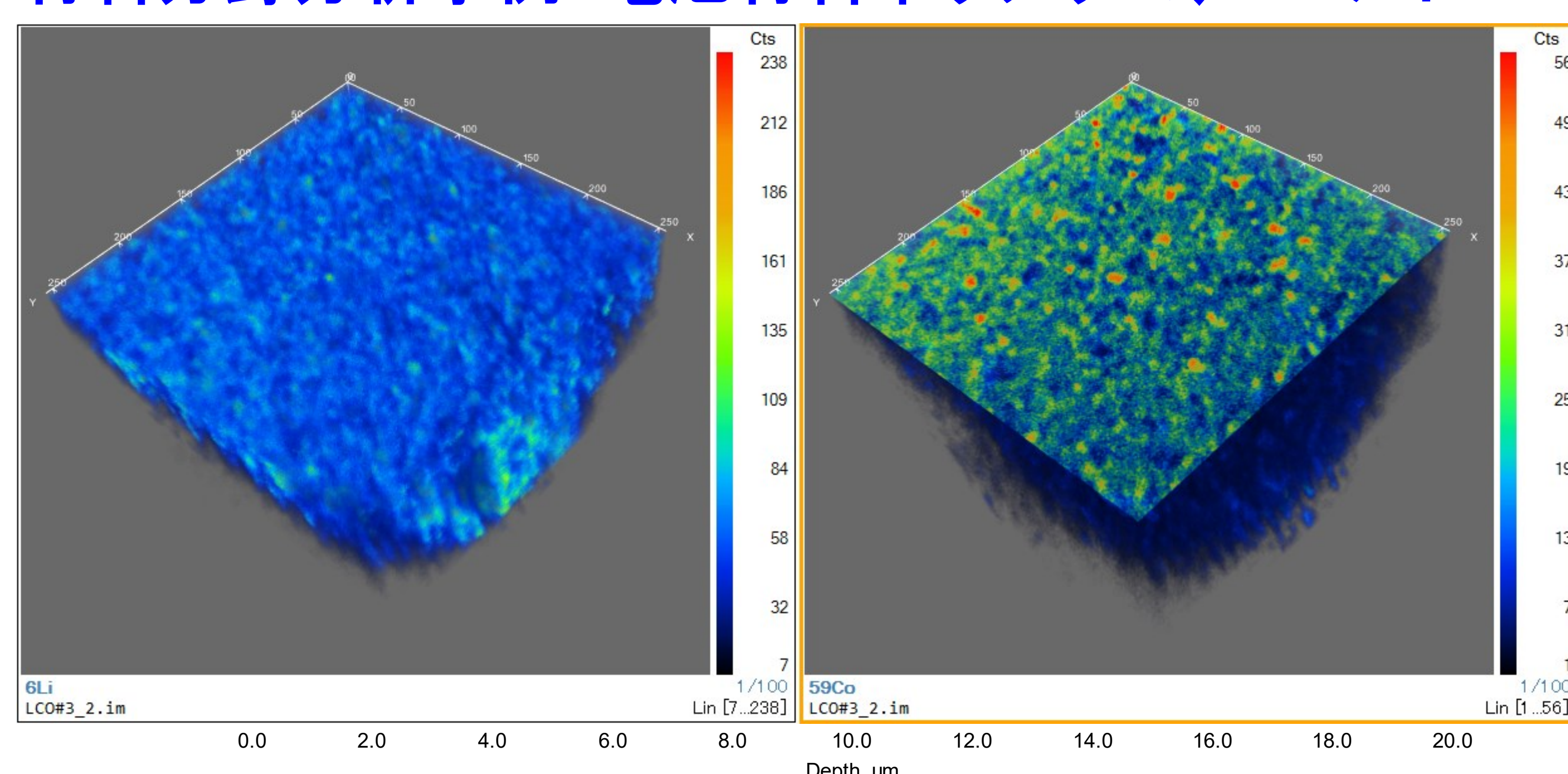
材料分野分析事例:アルマイト中炭素、硫黄



一次イオン: Cs+ 15 keV
電子銃使用
高質量分解能モード 4000

厚い絶縁材料の分析が可能

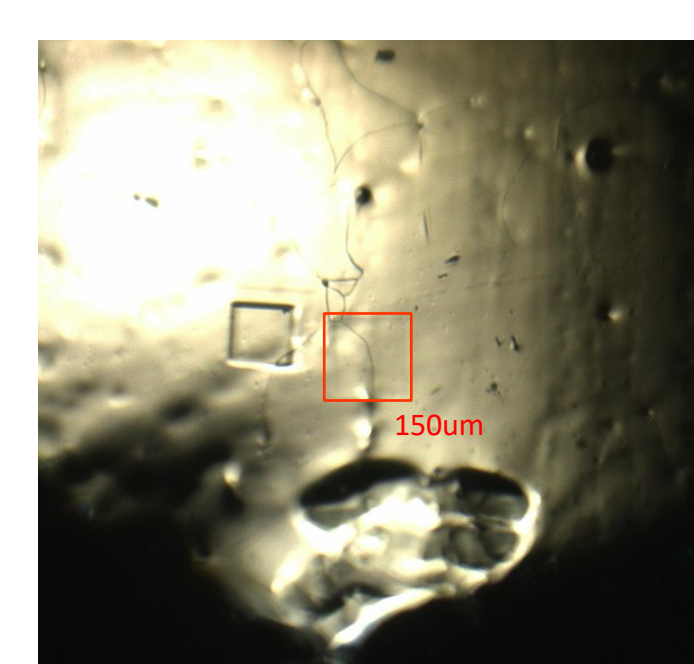
材料分野分析事例:電池材料中リチウム、コバルト



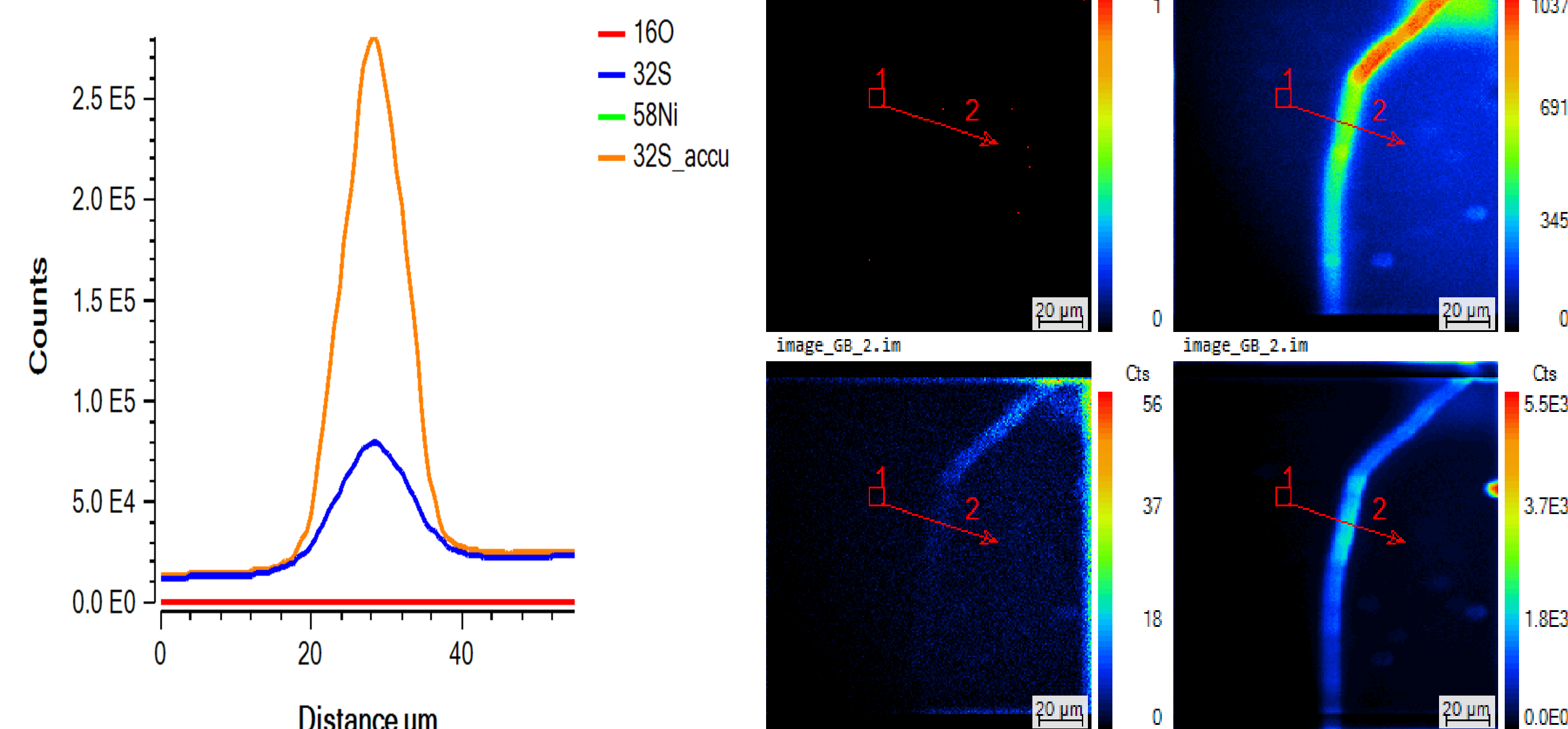
Li, Co 3Dイオン像
一次イオン: O₂+ 10 keV

不純物3D分析が可能

材料分野分析事例:ニッケル中硫黄



O, S, Ni イオン像
一次イオン: Cs+ 15 keV
質量分解能: 4000

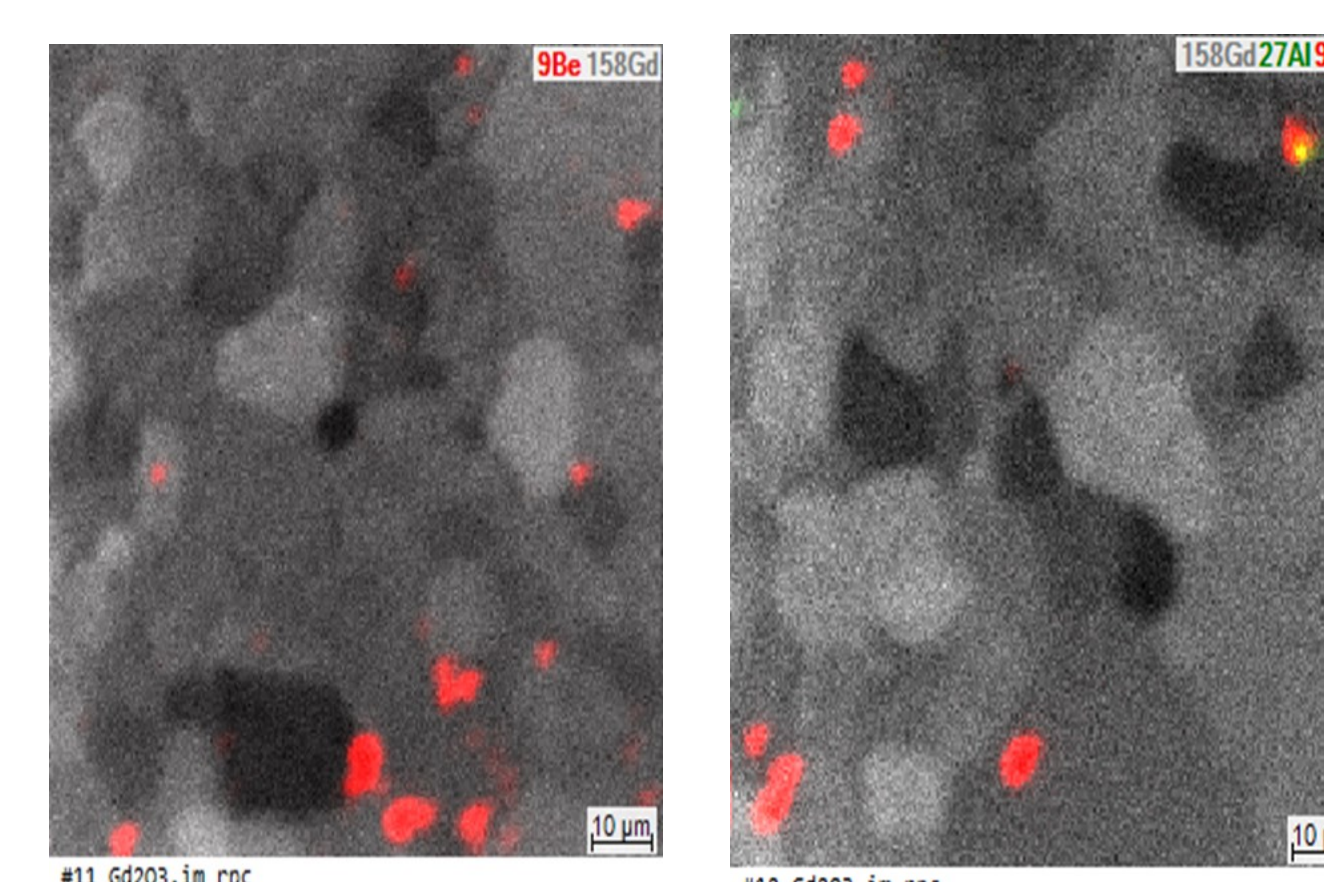


不純物マッピングが可能

材料分野分析事例:酸化ガドリニウム中ベリリウム



Be, Al, Gd イオン像
一次イオン: O₂+ 10 keV
電子銃使用



オープン利用情報

- ◆二次イオン質量分析装置(D-SIMS)[7f-Auto]
同機種は国内大学で本学に1台のみ: 本展示対象
- ◆段差計[DektakXT] 検出段差下限1 Å, 走査範囲:<5 mm
- ◆真空蒸着装置[VPC-260F] Wより低融点の金属コーティング
膜厚範囲: 50~400 nm, 実績: Cr, Ni, Cu, Sn, Au
- ◆プロービングSEM[TCK製] 探針: 2 μm/15 μm, 実績: MEMS基板, めっき膜
- ◆リソグラフィ装置[TCK製]
デザイン分解能: 1 μm/10 μm, 実績: 5 μmギャップ50本櫛形電極

問い合わせ先

- ◆秘密保持契約(NDA)
熊本大学 熊本創生推進機構 イノベーション推進部門
TEL: 096-342-3145 FAX: 096-342-3239
E-Mail: liaison@jimu.kumamoto-u.ac.jp
- ◆熊大SIMSの利用に関する相談
利用形態: 橋新 剛
TEL: 096-342-3723, E-mail: hashishin@msre.kumamoto-u.ac.jp
技術相談: 吉岡 昌雄
TEL: 096-342-3696, E-mail: yoshioka@tech.kumamoto-u.ac.jp