

文章编号: 1672-8785(2021)01-0016-05

SIMS 测试中的一次离子束研究

李 乾 师景霞 王 丛 申 晨 折伟林

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 介绍了二次离子质谱仪(Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS)测试中一次离子束的各参数对测试的影响。研究发现, 离子源的选择由分析元素决定, 一次束能量决定深度分辨率, 入射角度影响溅射产额, 一次离子束的束流密度影响溅射速率。因此, 在 SIMS 测试中, 需要根据分析目的调节相应参数, 以获得较好的分辨率。

关键词: 二次离子质谱仪; 一次离子束; 刻蚀速率

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2021.01.004

Research on Primary Ion Beam in SIMS Test

LI Qian, SHI Jing-xia, WANG Cong, SHEN Chen, SHE Wei-lin

(North China Research Institute of Electro-Optics, Beijing 100015, China)

Abstract: The influence of the parameters of the primary ion beam on the SIMS test is introduced. It is found that the choice of ion source is determined by the analysis element, the primary beam energy determines the depth resolution, the incident angle affects the sputtering yield, and the primary ion beam current density affects the sputtering rate. Therefore, in the SIMS test, the corresponding parameters need to be adjusted according to the different analysis purposes to obtain better resolution.

Key words: secondary ion mass spectrometry; primary ion beam; sputtering rate

0 引言

红外探测器广泛应用于军事、科学、工农业生产和医疗卫生等各个领域。尤其在军事领域, 红外探测器在精确制导、瞄准系统、侦察夜视等方面都具有不可替代的作用^[1]。由于性能与成本问题对红外半导体材料提出了新的更高的要求, 需要发展高密度、大面积、均匀性较好的多色、大规格、异质外延碲镉汞薄膜材料和 InAs/GaSb II 类超晶格材料, 以满足夜视、

火控、侦察、监视、精确制导和光电对抗等军事应用的要求^[2]。

半导体材料的一大特点是纯净材料的导电性极差, 而微量掺杂元素则可改变其导电性质。低浓度掺杂对分析技术提出了重大挑战。二次离子质谱仪具有极高的灵敏度, 可达 ppm 甚至 ppt 量级^[3]。在红外焦平面探测器的研制过程中, 二次离子质谱仪的应用更加广泛。与其他表面分析技术相比, 二次离子质谱仪在掺杂元

收稿日期: 2020-08-30

作者简介: 李乾(1990-), 男, 山东泰安人, 工程师, 硕士, 主要从事材料测试开发工作。

E-mail: liqianbuaa@126.com

素浓度分布分析领域处于无法取代的地位。

二次离子质谱仪测试过程中的一次离子束研究能够加深对设备的认识, 主要包括离子源的种类、一次离子能量、入射角度和束流密度。通过对各参数的研究及调节能够针对分析材料获得较好的测试结果。因此, 一次离子束的各参数研究对于 SIMS 测试具有重要意义。

1 实验部分

1.1 仪器

使用从法国 CAMECA 公司引进的 IMS 4F-E7 系列二次离子质谱仪。作为一种双聚焦式质谱仪, 它具有全元素分析、分辨率高、灵敏度高、带深度剖析功能和制样简单等优点^[4]。

测量二次离子质谱仪的刻蚀深度时使用从 Bruker 公司引进的 DektakXT 型台阶仪。它是一种探针接触式测量设备, 具有较高稳定性、高准确度、高重复性等优点。

1.2 一次离子束系统构成

图 1 所示为由离子源(氧源和铯源)、偏转磁场、多组透镜和光阑组成的二次离子质谱仪一次离子束系统。其中, 氧源是通过用高压电子束轰击氧气后形成等离子态而产生的一次离子。铯源是由热电离产生的。在高电压作用下, 离子从离子枪内射出, 在透镜的作用下进行聚焦。光阑可以挡掉杂散离子。当一次离子轰击到样品表面时会激发出二次离子。样品前方的高压电极将二次离子引入质谱仪中。一次离子束与材料之间的作用如图 2 所示。

1.3 实验条件

一次离子源采用氧源和铯源, 扫描面积为 $250 \times 250 \mu\text{m}^2$, 分析区域的直径为 $150 \mu\text{m}$, 质量分辨率为 $m/\Delta m = 400$ 。

1.4 样品说明

样品包括用液相外延(Liquid Phase Epitaxy, LPE)法生长的碲锌镉基碲镉汞(MCT)、InSb 晶片以及用分子束外延(Molecular Beam Epitaxy, MBE)法生长的 InAsSb 和 CdTe。

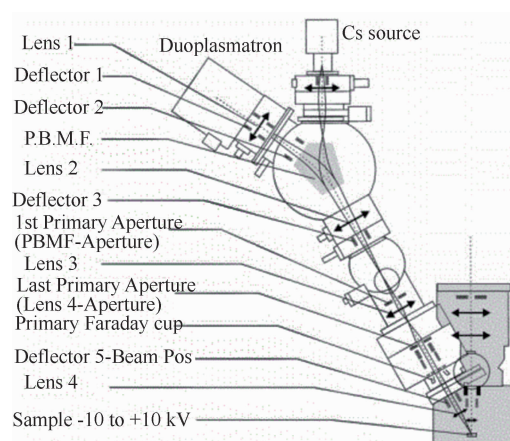


图 1 二次离子质谱仪的一次离子束系统

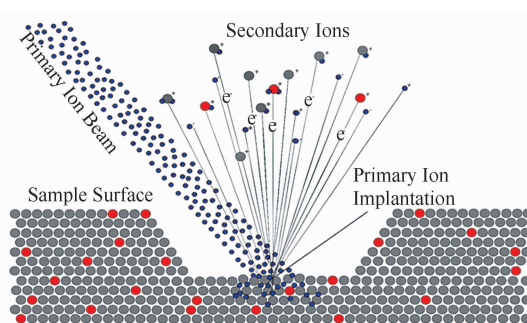


图 2 一次离子束与材料的相互作用

2 结果与讨论

2.1 坑洞形状

选用一次离子束时主要考虑二次离子产率、探测极限、深度分辨率、侧面分辨率、电荷中和、有效性、刻蚀坑洞的微观形貌以及溅射速率等因素。图 3 是用二次离子质谱仪的一次离子束对样品进行刻蚀过程中形成坑洞的俯视示意图。图 4 是用台阶仪测试凹坑的结果。由图 4 可以看到收集二次离子时产生的边缘效应。

根据台阶仪测试结果以及二次离子质谱仪参数, 将坑洞尺寸设置为 $250 \times 250 \mu\text{m}^2$ 。坑洞底部与材料表面通过斜坡连接, 与侧壁不垂直。检测区域的尺寸远小于扫描面积, 可有效避免材料激发出的二次离子、原子和电子打到坑洞侧壁(造成探测器收集到的信号随深度的加深而减小)。

2.2 溅射速率

溅射产额是指每入射一个离子时溅射材料打出的原子数。溅射速率 S_r 是指单位时间内

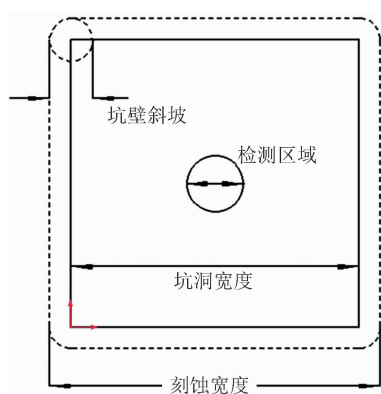


图3 一次离子束轰击样品时产生的弧坑

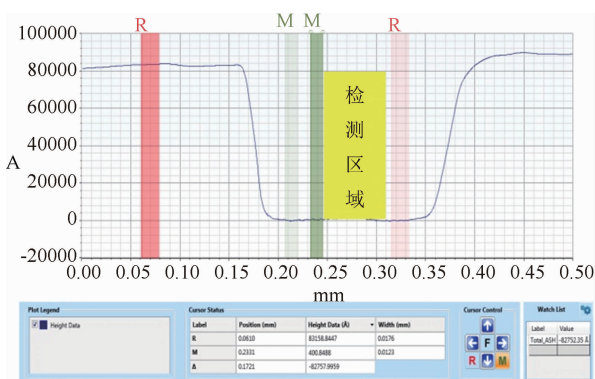


图4 收集二次离子时产生的边缘效应

材料被刻蚀的深度:

$$S_r = \frac{D}{T} \quad (1)$$

式中, D 为刻蚀深度, T 为刻蚀时间。

2.3 一次离子束的种类

一次离子束的种类比较多, 如 Ar 离子、Cs 离子、氧离子等。一般根据设备分析材料需求选择, 常规配置为铯源和氧源。同样, 两者的选择也由分析材料决定。其中, 氧源主要用于分析 III 族的 P 型材料, 铯源主要用于分析 V 族的 N 型材料(见表 1)。只有选择合适的离子源进行测试才有意义。

2.4 一次离子的能量

在二次离子质谱仪测试中, 一次离子束的能量越大, 溅射产额越高, 溅射速率也就越大。因此有时需选用较低的一次束能量, 以得到较好的深度分辨本领; 有时需选用较高的一次束能量, 从而获得较好的动态范围和较高的检测极限^[5,7]。实际应用中需根据分析目的选

择合适的能量。如图 5 所示, 1 keV 下 P 元素出现明显的峰, 说明深度分辨率高; 5 keV 下 P 元素的检测极限较高。

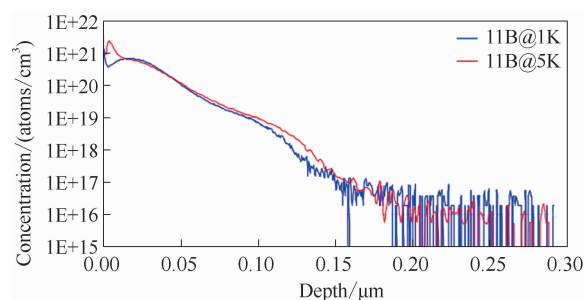


图5 1 keV 和 5 keV 下 P 元素的 SIMS 测试结果

2.5 入射角度

一次离子束的入射角度主要影响溅射速率和二次离子产额。测试结果经 RSF 修正后没有差异^[4], 但在一次束能量一定的情况下, 材料对核外电子的束缚能越大, 材料本身的溅射产额越低。需获得较大的溅射速率时, 可适当调整入射角度, 以实现较高的信号强度。如图 6 所示, 以 InSb 材料为例, 通过调整入射角度检测溅射速率时发现, 在 45° 入射角下, 溅射速率较大。

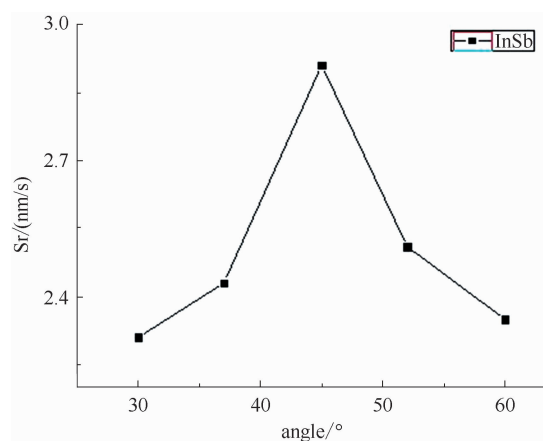


图6 不同入射角度下的溅射速率

2.6 一次束束流

对于固定材料, 以上参数通常相对固定, 可以调节的只有束流密度。一次束束流主要影响溅射速率。通过选用不同束流, 积累不同刻蚀时间时长, 获取刻蚀深度数据, 并用台阶仪测量具体数据。

图 7、图 8 和图 9 分别是用 LPE 法生长的

表 1 不同离子源对不同元素的检测极限

O ₂ ⁺ 一次正离子		Cs ⁺ 一次负离子		Cs ⁺ P 一次正离子(CsM ⁺)	
元素	检测限(atoms/cm ³)	元素	检测限(atoms/cm ³)	元素	检测限(atoms/cm ³)
Li	3E+11	H	1E+16	Zn	2E+15
Be	1E+14	C	1E+15	As	2E+14
B	3E+13	N	5E+15		
Na	5E+12	O	5E+15		
Mg	3E+12	F	5E+13		
Al	1E+12	Si	5E+15		
K	2E+12	P	5E+13		
Ca	3E+12	Si	5E+15		
Ti	1E+13	Cl	1E+14		
V	1E+13	Cu	1E+16		
Cr	1E+13	As	1E+15		
As	1E+16	Sb	1E+16		
Mo	1E+14	Au	5E+13		
In	3E+12				
Sb	3E+15				

碲锌镉基 MCT、用 MBE 法生长的 CdTe 和 In-AsSb 材料在不同一次束流下的刻蚀深度随时间积累的关系图。

2.6.1 束流变化对加工深度的影响

从图 7~图 9 中可以看到, 各种材料的刻蚀深度与刻蚀时间成正比。即使在 1600 s 时数据波动, 它们依然成正比。270 nA 和 420 nA 对应的束流密度分别为 $4.32 \times 10^{-3} \text{ nA}/\mu\text{m}^2$ 和 $6.72 \times 10^{-3} \text{ nA}/\mu\text{m}^2$ 。束流密度越大, 同时间的刻蚀速率也越大。

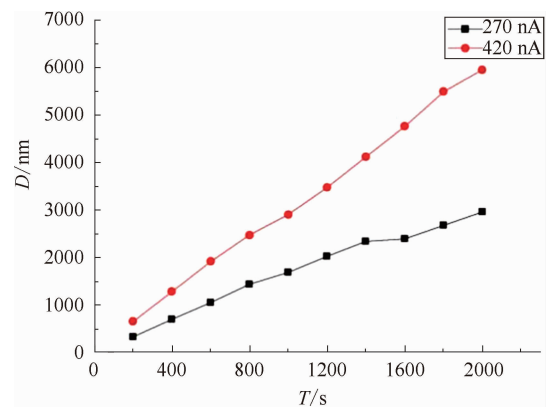


图 8 用 MBE 法生长的 CdTe

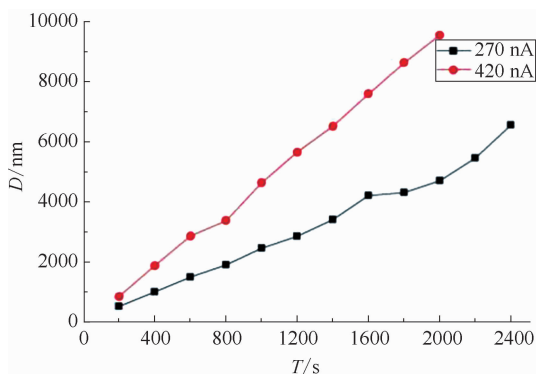


图 7 用 LPE 法生长的碲锌镉基 MCT

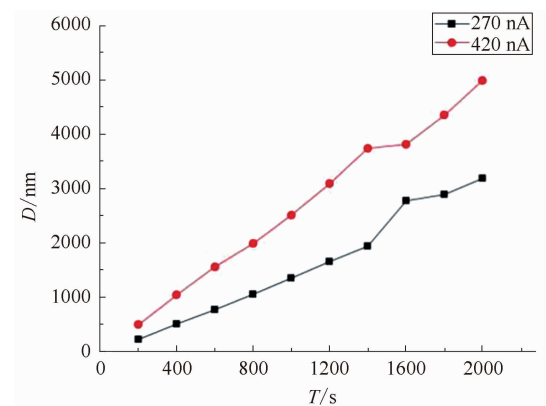


图 9 用 MBE 法生长的 InAsSb

2.6.2 不同束流密度对不同材料的溅射速率

通过式(1)计算出三种材料分别在 270 nA

和 420 nA 下的溅射速率(见图 10 和图 11), 得

到 $S_{rMCT} > S_{rCdTe} > S_{rInAsSb}$ 。由此可见，溅射速率与材料本身的性质有关。

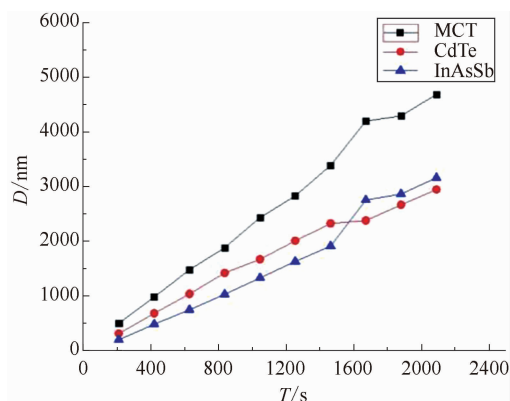


图 10 270 nA 时 MCT、CdTe、InAsSb 的加工数据

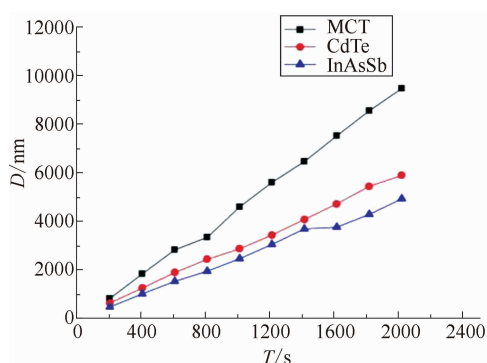


图 11 420 nA 时 MCT、CdTe、InAsSb 的加工数据

表 2 不同束流下不同材料的溅射速率

材料	$S_r / (\text{nm/s})$	
	270 nA	420 nA
MCT	2.432	4.601
CdTe	1.711	3.005
InAsSb	1.334	2.568

3 结论

本文从离子源、一次离子束能量、入射角度、一次离子束束流密度等方面对二次离子质谱仪的一次离子束进行了研究。一次离子束的

种类需根据分析材料进行选择。随着一次离子束能量的增大，溅射产额增加；当入射角度为 45° 时，溅射速率最大。随着一次离子束束流密度的增加，溅射速率增大，采集信号值也会增大^[6]。样品材料的束缚能会影响溅射速率。针对在使用二次离子质谱仪对 MCT、CdTe、InAsSb 三种材料样品进行表征时常用的两种束流，建立了相应的数据库，获得了较稳定的溅射速率，从而能够快速高效地完成二次离子质谱仪测试结果的深度标定。一次离子束主要影响溅射速率和测试结果的深度分辨率。所以在使用二次离子质谱仪进行测试时，一定要根据分析目的选用合适的参数。

参考文献

- [1] 李维, 武腾飞, 王宇. 焦平面红外探测器研究进展 [J]. 计测技术, 2016, 36(1): 1-4.
- [2] 朱西安, 左雷, 李震. SIMS 在碲镉汞红外焦平面探测器工艺中的应用 [J]. 激光与红外, 2006, 36(11): 1013-1015.
- [3] 王佑祥, 陈春华. 二次离子质谱分析在半导体材料与器件工艺中的应用 [J]. 半导体技术, 1993, 18(2): 46-50.
- [4] 宋洁. 二次离子质谱仪的原理及在半导体产业中的应用 [D]. 天津: 天津大学, 2008.
- [5] 李震远. 二次离子质谱仪的杂质污染分析在半导体失效分析中的应用 [D]. 天津: 天津大学, 2012.
- [6] 李乾, 折伟林, 周朋, 等. 红外半导体材料 SIMS 分析研究 [J]. 红外, 2018, 39(11): 17-20.
- [7] 陈新, 陈春华, 王佑祥. 二次离子质谱仪离子枪溅射速率的能量依赖关系 [J]. 真空科学与技术, 1995, 15(5): 335-338.