

Rutherford 散亂分析

核·放射線에 의한 分析

1. 緒 言

Mev 領域의 輕ion beam을 사용한 分析은 1968 年경 silicon 등의 半導體에 이온 注入한 불순물 의 분석에 이용되었고, 材料表面層의 組成分析 手段으로서의 유용성이 인식되었다. 최근에는 Van de Graaff 加速器, tandem型 加速器나 소형의 cyclotron 加速器 등의 발전·보급에 따라 많은 연구분야에서 폭넓은 元素分析手段으로 정착되고 있다.

이온비임 분석의 원소 검출 수단으로서 사용되는 주된 충돌과정은, ① Rutherford散亂, ② 內殼電離(螢光X線 발생) 및 ③ 共鳴核反應이다. 이들의 충돌과정에서 散亂이온의 에너지, 螢光X線에너지 및 핵반응에서의 放出 γ 線이나 放出粒子的 종류와 이들의 에너지가 標的原子(元素)에 따라 다르다는 것이 분석의 기초가 되어 있다. 概略的으로 러더포드 散亂分析은 母體元素보다 질량이 큰 불순물 원소 분석에, 螢光X線分析은 원자번호가 중간인 원소의 분석에, 核反應分析은 원자번호(質量)가 작은 원소의 분석에 이용되어 왔다. 그러나, 3가지 분석 수단은 서로 相補的이며 가끔 병용되고 있다.

이온비임에 의한 원소 분석의 특징은 ① 非破壞分析이라는 것, ② 微小面積의 분석이 가능하다는 것, ③ 分析感도가 높고 또한 精度도 높다는 것 그리고 ④ 深度方向 분석이 가능하다는 것에 있다. 러더포드 산란분석은 심도 방향의 조성분석을 비교적 高分解能으로 쉽게 행할 수가 있고, 또한 같은 장소를 연속적으로

측정할 수 있기 때문에, 재료의 動的舉動을 조사하는 데 특히 유용하며, 이때까지 재료내의 原子擴散, 化合物·合金薄膜의 생성, 재료 표면의 부식이나 核融合爐裝置에서의 plasma·壁相互作用 등 재료 표면층의 物性研究에 이용되어 왔다.

또, 單結晶試料에 대해서는 channelling 효과나 blocking 효과를 이용함으로써 결정내의 불순물 원자의 格子位置나 格子缺陷의 구조, 나아가서 結晶層界面의 구조(界面의 應力), 結晶表面第1層의 구조(原子位置)의 결정에 이용되고 있다. 러더포드 散亂分析은 종래부터 연구되어 왔던 여러 문제에 적용되어 그 연구에 새로운 진전을 가져옴과 동시에 오늘날에는 확립된 분석 수단의 하나로 발전되어 왔다.

여기서는 러더포드 散亂分析法(後方散亂粒子檢出, 前方散亂粒子檢出 및 反跳粒子檢出 포함)에 대해서 그 深度分析의 원리와 分解能을 기술하고 다시 재료 연구에의 應用例에 대해서 소개한다. 또 채널링효과를 사용한 응용에 대해서도 소개하겠다.

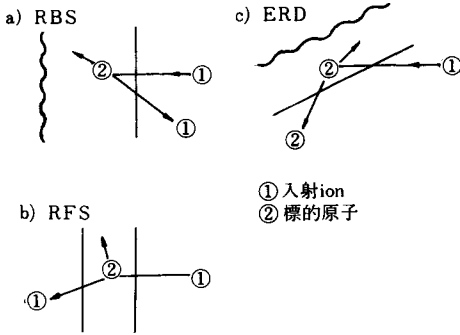
2. Rutherford 散亂分析法의 原理

2.1 種類

入射이온의 標的原子에 의한 러더포드 산란을 이용해서 분석을 행하는 러더포드 散亂分析法은 그림 1에서와 같이 3가지 방법으로 나누어진다.

a)의 러더포드 後方散亂法은 이름 그대로

〈그림 1〉 Rutherford 散亂을 사용하는 分析法 :
 a) Rutherford 後方散亂法, b) Rutherford 前方散亂法, c) 反跳粒子檢出法



試料中の 標的原子에 의해 上流側에 後방산란된 이온을 측정하는 방법으로 Rutherford back scattering(RBS)法이라 불리며 가장 널리 이용되고 있다.

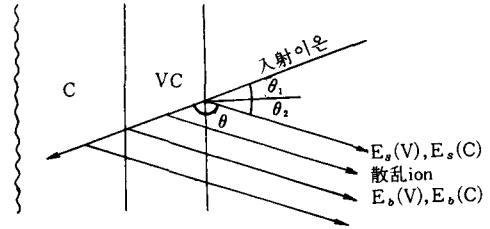
b)의 러더포드 前方散亂法은 薄膜試料中の 표적원자에 의해 下流側으로 산란된 이온을 측정하는 방법으로 Rutherford forward scattering(RFS)法이라고 불리워진다. RFS法은 앞에서의 RBS法의 보조수단으로서 高에너지의 이온을 사용, 수소등의 輕元素를 동시에 분석하는데 이용하고 있다. 그러나 RFS法에 의한 분석의 質量分解能이나 深度分解能은 RBS法에 비해 뛰어들어진다. 또, c)의 反跳粒子檢出法은 入射이온에 의해 前方으로 反跳된 표적원자 그 자체를 측정하는 방법으로 Elastic recoil detection(ERD)法이라 불리며 입사이온의 질량보다 질량이 작은 원소의 분석에 이용되고 있다.

ERD法에서는 검출기에 동시에 들어가는 산란이온을 적당한 두께의 filter를 사용해서 제거할 필요가 있다. 러더포드 散亂分析은 이용 방법으로 보아 이들 3가지로 구별되지만, 데이터 解析原理는 본질적으로 같지 않으므로 여기서는 a)의 RBS를 중심으로 기술하기로 한다.

2.2 後方散亂 energy spectrum과 深度分析의 原理

MeV 陽子나 α 粒子가 물질 속을 진행할 때 단

〈그림 2〉 炭素基板上的 VC 薄膜에서의 後方散亂의 模式圖. $E_s(V), E_s(C)$ 는 表面에 있는 V 및 C原子부터 散亂된 ion의 energy, $E_b(V), E_b(C)$ 는 C-V界面에 있는 V 및 C原子부터 散亂된 ion의 energy를 表示.



위길이당 에너지의 손실, 즉 물질의 이들 이온에 대한 阻止能은 대단히 크며, 그 飛程은 수 μm 에서 수십 μm 에 이른다. 이들 이온은 그 에너지 손실의 홀어짐이 작기 때문에, 試料 표면부터 어느 깊이에 달했을 때 거의 같은 에너지를 가진다. 이들 사실에서 입사이온이 시료내에서 러더포드 산란을 일으키는 장소(표면부터의 깊이)를 정확히 결정할 수 있다.

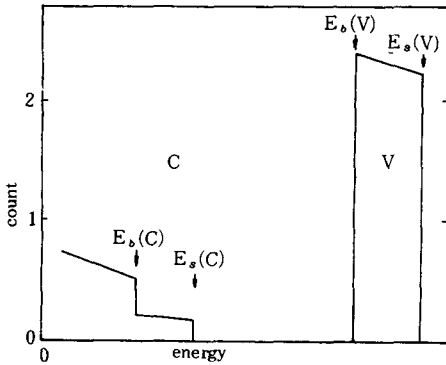
먼저 그림 2의 炭素基板上的 VC 薄膜에 入射한 이온의 산란 과정의 概略圖와 理想化한 後방산란 이온의 에너지스펙트럼(그림 3)을 사용해서 심도 분석의 原理를 설명한다.

이 에너지 領域의 산란이온과 에너지 스펙트럼은 그림 2에서와 같이 1回散亂模型에서 좋은 精度로 해석된다. 시료 표면에 있는 V原子 및 C原子로부터 산란된 이온은 각각 에너지 $E_s(V)$ 및 $E_s(C)$ 를 가지는 것으로 한다. 이들 산란이온의 에너지는 표적원자의 질량이 다르기 때문에 러더포드 산란에서 V原子 및 C原子에 주어지는 反跳에너지의 차이만큼 다르다. 충돌전의 에너지를 E_0 라 하면 산란이온의 에너지 E_1 은,

$$E_1 = \left[\frac{M_1 \cos \theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta}}{M_1 + M_2} \right] \cong k E_0 \quad \dots \dots (1)$$

로 주어진다. 여기서 M_1, M_2 는 각각 이온 및 標的原子의 질량이고 $\theta = \pi - (\theta_1 + \theta_2)$ 는 散亂角이다. k의 값은 1보다 작으며 M_2 의 증가와

(그림 3) 炭素基板上的 VC 薄膜부터의 理想化시킨 後方散亂 ion energy spectrum



함께 증가한다. 그림 2 중 $E_s(V)$ 및 $E_s(C)$ 는 식(1)을 사용해서 $\theta = 150^\circ$ 에 대해서 계산했다.

VC 薄膜의 表面에 있는 V 原子로부터 산란된 후 表面에 나타나는 이온은 러더포드 산란을 받기 전에 薄膜内에서 에너지 ΔE_1 을, 러더포드 산란을 받은 후 表面에 달하기까지에 에너지 E 는 막두께를 x 로 하면,

$$E = k_v(E_0 - \Delta E_1) - \Delta E_2$$

$$= k_v E_0 - \left(k_v \frac{S_1}{\cos \theta_1} + \frac{S_2}{\cos \theta_2} \right) x \dots \dots \dots (2)$$

가 된다. 여기서 S_1 및 S_2 는 에너지가 E_0 와 $E - \Delta E_1$ 및 에너지가 $k_2(E_0 - \Delta E_1)$ 과 E 와의 사이에 있는 이온에 대한 VC 薄膜의 平均物質阻止能이다.

식(2)는 薄膜表面에 있는 V 原子에서 산란된 이온의 에너지가 表面($x=0$)에 있는 V 原子부터 산란된 이온의 에너지에서

$$\Delta E_v = \left(k_v \frac{S_1}{\cos \theta_1} + \frac{S_2}{\cos \theta_2} \right) x \dots \dots \dots (3)$$

만큼 낮다는 것을 나타내고 있다.

炭素基板内에는 V 原子가 존재하지 않기 때문에 식(2)로서 표시되는 값보다 낮은 에너지의 산란이온은 존재하지 않으므로 VC 薄膜中の V 原子로부터 산란된 이온의 에너지 분포는 그림 3에서와 같이 方形 pulse 狀이 된다. 이와 같은 것은 薄膜의 두께가 方形 펄스스펙트럼의 폭에

서 식(3)과 物質阻止能 S_1 및 S_2 의 近似値를 사용해서 결정할 수 있는 것을 나타내고 있다. 또 이것은 薄膜内的 V 原子에서 산란된 이온의 에너지와 表面에 있는 원자로부터 산란된 이온의 에너지 $k_v E_0$ 와의 차이에서 산란이 생긴 깊이(標的原子의 존재하는 깊이)를 결정할 수 있음을 뜻하고 있다. 마찬가지로 炭素基板과 VC 薄膜과의 界面에 있는 C 原子로부터 산란된 이온의 에너지는 表面에 있는 C 原子에서 산란된 이온의 에너지로부터

$$\Delta E_s = \left\{ k_c \frac{S_1}{\cos \theta_1} + \frac{S_2}{\cos \theta_2} \right\} x \dots \dots \dots (4)$$

만큼 낮은 에너지를 가진다. 여기서 S_2 는 에너지가 $k_0(E_0 - \Delta E_1)$ 과 $E_0(C)$ 와의 사이에 있는 이온에 대한 VC 膜의 平均物質阻止能이다. VC 膜中の C 의 농도와 炭素基板中の C 와의 농도와의 相異로 인해 그림 3 의 에너지 스펙트럼에서는 에너지 $E_0(C)$ 에서 後方散亂強度가 급격히 변화하고 있다.

2.3 後方散亂強度(spectrum의 높이)

이 에너지 영역의 散亂強度는 러더포드 산란의 微分斷面積 $\sigma(E_1, \theta)$ 을 사용해서 평가할 수 있는데, 그 값은 다음 식으로 표시된다.

$$\sigma(E_1, \theta) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_1} \right)^2 \frac{4}{\sin^4 \phi}$$

$$\times \frac{[M_2 \cos \theta + \sqrt{M_2^2 - M_1^2 - \sin^2 \theta}]^2}{\sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta}} \dots \dots \dots (5)$$

여기서 Z_1, Z_2 는 이온 및 표적원자의 원자번호, e 는 전자의 電荷이다. 식(5)에서 微分斷面積 σ 는 Z_1 및 Z_2 의 제곱에 비례하며 크게 보면 $\sin^4 \phi$ 에 逆比例하는 것을 알 수 있다. 시료 속의 깊이 x 와 $x + \delta x$ 와의 관계가 있는 組成元素로부터의 散亂強度는 1 cm^3 속의 원자수를 $N_1(x)$ 로 하면 $N_1(x) \delta x$ 에 비례한다. 따라서, 그 원소로부터 산란되는 이온의 強度 δY_1 는

$$\delta Y_1(x) = I(x) \Omega_{\sigma} \sigma(E_1, \theta) N_1(x) \delta x \dots \dots \dots (6)$$

로 표시된다. 여기서 $I(x)$ 는 깊이 x 에서의 入

射이온強度, Ω_0 는 실험에서의 幾何學的 條件으로 정해지는 檢出效率, E_1 는 산란될 때의 에너지이다. 式(2)의 깊이 x 와 산란이온에너지 E 와의 관계를 이용하면 式(6)과 같이 변형된다.

$$\delta Y_1(E) = I(E_1)\Omega_0\sigma(E_1, \theta)$$

$$\left\{ \frac{N_1(E_1)dE}{S_1 + S_2} \right\} \dots\dots\dots (7)$$

式(7)은 組成元素에서 後方散亂된 에너지 E 에서의 단위 에너지당의 散亂強度 $\delta Y_1(E)/\delta E_1$ 즉 산란이온 에너지스펙트럼을 나타내고 있다. 이 식과 $E_1 = E_0 - \Delta E_1$ 과의 관계에서 시료내의 分析 $N_1(x)$ 가 주어지면 스펙트럼은 임의적으로 계산할 수 있다. 이때 入射이온強度 $I(E_1)$ 는 분석 깊이가 너무 깊지 않는 한 I_0 로 보아도 좋다. 복수의 組成원소로 구성된 시료에 대한 에너지스펙트럼은 개개의 組成원소에 대한 에너지스펙트럼의 重量이 된다.

그림 3의 산란이온 에너지 스펙트럼은 VC 薄膜中の 組成이 깊이 방향으로 고르게 분포되어 있다고 하여 式(7)을 바탕으로 계산한 것이다. V 원자로부터의 산란 스펙트럼이 方形 펄스 모양인 것은 V 원자가 VC 薄膜 속에서만 존재하기 때문이다.(平担部의 yield가 에너지의 감소와 함께 조금 증가하고 있는 것은 깊이와 함께 E_1 가 감소하여 이로 인해 $\sigma(E_1, \theta)$ 가 증가하기 때문이다).

그림 3의 스펙트럼 속의 C 원자로부터의 散亂強度의 에너지 $E_b(C)$ 에서의 差는 式(7)에서 알 수 있는 것처럼 兩物質內的 C 원子濃度의 차 및 이온에 대한 物質阻止能의 차에 의해서 생기고 있다. 여기서 화합물이나 합금의 物質阻止能은 통상 Bragg value에 따라 平均值로서 표시된다.

실제의 VC 薄膜의 組成比는 逆으로 실험에서 측정된 산란 스펙트럼의 V 원子로부터의 散亂強度와 C 원子로부터의 散亂強度와의 比와 式

(7)에서 구한다. 취급하는 식은 조금 복잡하나 그 精度는 비교적 높다. 농도가 크고 깊이 분포가 고르지 못한 多原子組成試料의 後방산란 에너지 스펙트럼을 해석하여 組成 분포나 불순물 분포를 구하는 경우 物質阻止能이 組成比에 의존하기 때문에 逐次計算에 의한 fitting이 필요하다. 말하자면 組成比를 parameter로 해서 계산한 後방산란 스펙트럼을 실험에서 구한 後방산란 스펙트럼에 일치시켜 組成비를 구한다. 이와 같은 경우 특히 중요한 것은 各組成元素로부터의 스펙트럼이 겹쳐지지 않게 이온의 에너지 종류, 시료의 두께를 조정하는 것이다.

2.4 RBS法의 精度

後方散亂法을 사용해서 원소분석 및 深度分析을 행할 때의 精度에 대해 알아본다. 그림 2에서 표시한 시료로부터의 後방산란 스펙트럼을 실제로 表面障壁型 Si檢出器를 사용해서 측정된 결과를 그림 4에 표시했다. 이 스펙트럼은 그림 3의 理想化한 스펙트럼과 본질적으로는 같은데, ① 펄스형 스펙트럼의 에너지에 대한 上昇 및 降下의 勾配가 완만하다는 것, ② V 원子에서 산란된 이온의 에너지 $E_b(V)$ 와 C 원子에서 산란된 이온의 에너지 $E_b(C)$ 와의 사이에 background가 존재한다는 것이 다르다.

前者는 深度분석의 精度를 제한하며 그 주된 요인은 검출기의 에너지分解能이 有限하다는 것에 인한 (VC 薄膜裏面に 있는 V 원子로부터의 yield의 上昇勾配가 표면에 있는 V 원子로부터의 yield의 降下勾配보다 완만해져 있는 원인은 膜두께의 不均一性, 이온의 에너지손실로 인한 分散 및 小角多量 산란의 효과에 의한다.) 後者는 이온의 多數回散亂效果 및 C 원子로부터의 산란된 이온에 의한 pileup에 의해 생겨나 V 원子보다 질량이 작은 불순물의 검출 한계에 영향을 준다. 시료 표면 근방의 深度分析 分解能 Δx 는 검출기의 에너지 分解能 ΔE

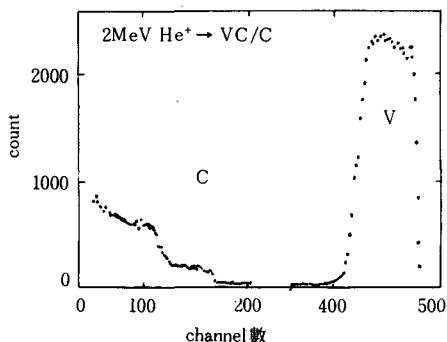
에서 정해지는데 다음과 같이 된다.

$$\Delta X = \Delta E / \left\{ k \frac{S_1}{\cos \theta_1} + \frac{S_2}{\cos \theta_2} \right\} \dots\dots\dots (8)$$

이 식에서 分解能 Δx 는 이온에 대한 阻止能 (즉, 입사이온과 標의原子와의 조합) 및 실험의 幾何學的條件(θ_1 와 θ_2)에 의존함을 알 수 있다. 그림 4의 측정에 사용한 表面障壁型 Si檢出器의 에너지 분해능이 約 15keV이므로 $\theta_1=0^\circ$, $\theta_2=30^\circ$ 의 실험 조건에서의 깊이 분해능은 約 13nm이다. Williams 등들은 炭素基板上에 蒸着한 30nm의 SiO_2 에 대한 RBS 스펙트럼을 여러가지의 기하학적 조건으로 측정하여 θ_1 과 θ_2 를 最適으로 선택하면 분해능이 數倍 개선되는 것을 가리켜주었다. 그 결과를 그림 5에 표시한다.

그림 5(a)에서 垂直入射($\theta_1=0$)의 경우 Si, O 및 불순물 W로부터의 산란 스펙트럼은 좁은 펄스상이 되는 것을 알 수 있다. 한편, 그림 5(b)는 θ_1 및 θ_2 를 最適으로 했을 때의 산란 스펙트럼이며, Si 및 O로부터의 幅은 크게 증대하여 불순물 W로부터의 스펙트럼은 두개의 날카로운 pulse로 분리되는 것을 가리키고 있다. 그림 5(b)에서는 深度 分解能이 數倍 개선되어 이로 인해 蒸着時에 混入된 불순물 W는 SiO_2 의 表裏面에만 존재하는 것을 가리키고 있다.

<그림 4> 表面障壁型 Si檢出器에서 測定한 炭素基板上 VC薄膜부터의 2MeV He^+ 이온의 後方散亂에너지 스펙트럼

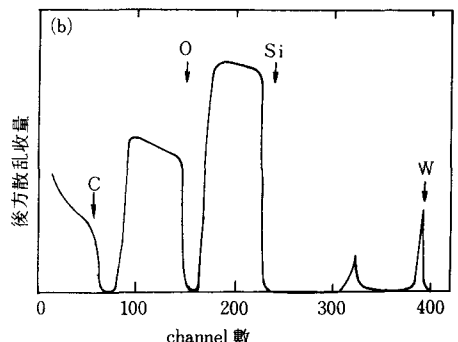
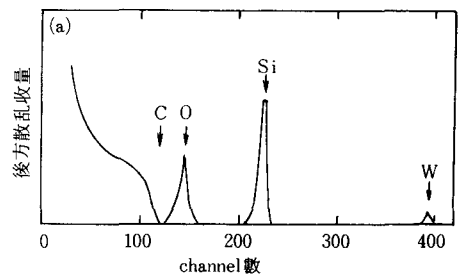


2MeV He^+ 이온을 $\theta_1=85^\circ$, $\theta_2=-73^\circ$ ($\theta=168$)에서 入射했을 때는 Al蒸着膜에서의 深度 分解能의 測定値는 표면에서 5nm가 되어 시료 내부에서의 분해능은 energy struggling이나, 小角多重散亂으로 인해 깊이와 함께 증가하여 깊이 10nm에서 約 15nm으로 증가한다. 더욱 높은 심도 분해능을 얻으려면 He^+ 이온대신에 무거운 Na^+ 이온 등을 사용하면 좋다. Ne^+ 이온에 대한 阻止能이 증대하기 때문에 심도 분해능은 2nm가 된다고 기대된다.

2.5 不純物濃度の 檢出限界

RBS 스펙트럼은 각 조성원소에 대한 스펙트럼이 重疊된다. 따라서 母體를 구성하는 원소의 질량보다 큰 불순물을 검출할 경우 그 檢出感度가 높다. 이와 같은 것은 그림 4의 炭素基板上의 VC薄膜으로부터의 RBS 스펙트럼에서도 알 수 있다. 즉 C原子로부터 散亂된 이온의 에

<그림 5> 炭素基板上에 蒸着한 SiO_2 薄膜(30nm)부터의 2MeV He^+ 이온의 後方散亂에너지 스펙트럼. a) 垂直入射($\theta_1=0$)한 것, b) θ_1 및 θ_2 의 最適幾何學的條件에서의 것



너지가 V原子로부터 산란된 이온의 에너지보다 훨씬 낮기 때문에 V原子의 조성이 10^{-4} 정도로 낮아지더라도 검출이 가능하다. 이와 같은 경우의 검출 한계를 정하는 요인은 탄소기판에서 산란된 이온의 pileup이다.

따라서 RBS分析用的 시료를 조제할 경우 基板으로서 炭素나 beryllium 등의 輕元素材를 사용하는 것이 바람직하다. 또 기판을 얇게함과 동시에 自己保持하는 것도 좋다. 반면에 두꺼운 시료내에 포함되는 질량이 작은 불순물의 분석에서는 母體原子로부터의 산란 즉, background를 빼야 하므로 1/10 이하의 原子濃度의 분석은 거의 불가능하다. 이 RBS法의 결점을 보충하기 위해 RFS法이나 ERD法이 제안되었다.

3. RBS法의 應用

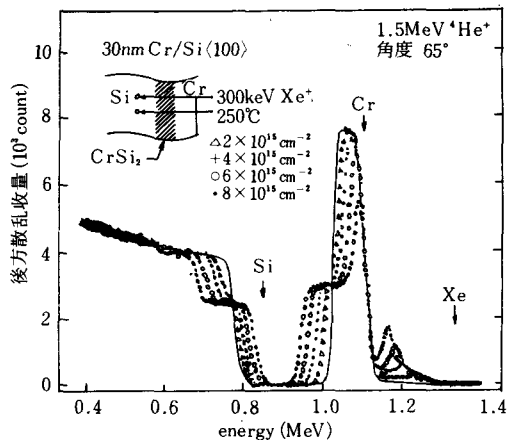
3.1 이온誘起界面反應의 解析

silicon과 金屬薄膜과의 界面反應에 의한 실리콘사이드 생성의 연구가 半導體개발에 응용하기 위해 이 몇년간 활발히 행해지고 있다. 高速이온照射에 의해 界面에 에너지를 주어 실리콘사이드 생성반응을 촉진시키는 이온誘起界面反應이 최근 주목되고 있다.

이 이온誘起界面反應은 일반적으로 固溶體, 平衡化合物의 생성뿐만 아니라 폭넓은 조성의 準安定相을 생성시킬 목적으로 이용되고 있다. 이온照射에 의한 실리콘사이드 생성의 動的過程을 표준적인 조성분석 수단으로서의 RBS法을 사용해서 解析하여 그 기구가 조사되었다.

그림 6은 Cr을 30nm 蒸着한 Si<100> 웨허에 250°C에서 300keV Xe⁺ 이온을 照射하여 CrSi₂의 成長量의 照射量依存을 1.5MeV He⁺ 이온을 사용한 RBS法에 의해 측정한 결과이다. 實線은 이온照射前의 시료로부터의 RBS스펙트럼이며 시료가 Cr/Si의 2層으로 되어 있음을 가리키고 있다.

(그림 6) 이온誘起界面反應에 의한 CrSi₂相의 成長過程을 나타낸 RBS에너지 스펙트럼. CrSi₂層의 두께는 이온照射量과 함께 直線의으로 증가



Xe⁺이온을 照射하면 Cr로부터의 RBS스펙트럼의 低에너지측(界面)에 變化가 생기고 있음을 알 수 있다. Cr薄膜의 界面이 高에너지측으로 벗어나 界面에 높이가 일정한 方形 pulse狀의 spectrum이 성장하는 것을 알 수 있다. 여기에 대응해서 RBS 스펙트럼의 降下部(界面)에 變化가 생기고 있다. Xe⁺이온을 注入한 Cr 및 Si로부터의 RBS스펙트럼의 散亂強度의 比에서 式(7)을 사용해서 成長層의 조성이 CrSi₂라고 결정되어 있다(Cr의 높이가 원래 높이의 1/3 이상으로 되어 있는 것은 阻止能이 組成에 따라 變化했음을 뜻한다). 成長層 폭의 照射量依存에서 CrSi₂層의 성장량은 통상의 열처리에서의 성장과 마찬가지로 照射量(照射時間)에 비례한다는 것이 명백해졌다.

이와 같은 명확한 反應層의 成長過程은 RBS法을 사용함으로써 비로소 가능하다고 할 수 있다. 그러나 RBS法은 성장층의 平均조성과 성장속도에 관한 지식을 줄 뿐이며, 성장 실리콘사이드의 성질 결정에는 X線回折 등의 방법을 병용하는 것이 중요하다.

3.2 高温에서의 2元薄膜 sputter 舉動解析 核融合爐의 壁材料設計에 關해서 재료의 고

온에서의 스퍼터 거동이 주목되고 있다. 고온에서의 화합물이나 합금의 이온照射는 단순히 스퍼터링을 생기게 할 뿐만 아니라 조성변화도 일으키기 때문에, RBS法은 매우 유용한 측정수단이 된다. 니켈/니켈炭化物의 2層薄膜을 사용해서 탄소의 表面偏析에 의한 선택 스퍼터링과 니켈의 스퍼터링 억제 효과를 밝힌 한 보기를 소개한다.

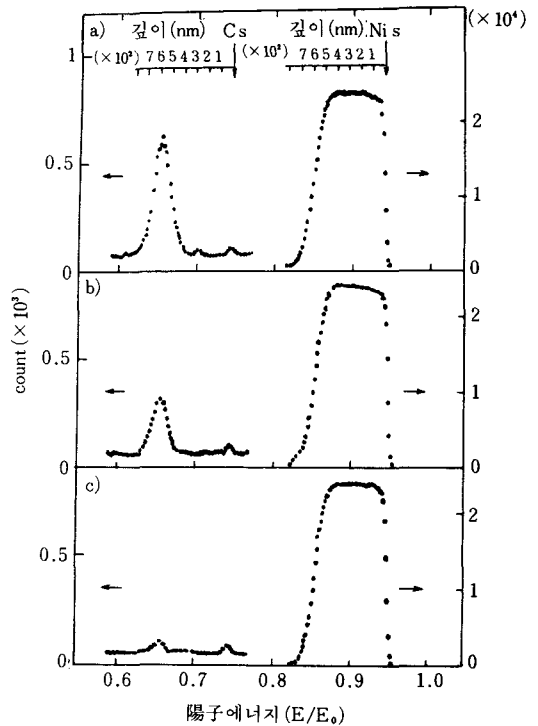
그림 7은 1.3MeV He⁺이온을 니켈/니켈炭化物의 自己保持 2層薄膜에 照射했을 때 얻어진 RBS스펙트럼이다. 上段의 이온照射前 RBS스펙트럼은 니켈의 膜두께가 600nm정도이며, 그 뒷면에 150nm정도의 니켈·炭素의 混合層이 존재하고 있음을 나타내고 있다.

中段, 下段은 600°C에서 1.5μA/cm²의 5keV Ar⁺이온을 照射하고 80분후와 125분후에 측정된 RBS스펙트럼이다. 上·中·下段의 스펙트럼 비교에서 Ar⁺이온을 니켈표면에 照射하고 있음에도 불구하고 니켈의 피이크幅(膜두께) 및 니켈표면상의 偏析炭素의 피이크 면적(두께)이 변화하고 있지 않음을 알 수 있다.

한편 니켈膜裏面に 존재하는 니켈炭化物中の 탄소가 감소하여 125분후에는 거의 없어진다는 것을 알 수 있다. 이 니켈膜이 스퍼터되지 못하는 결과는 표면에서의 炭素偏析과 결합시켜 보면 설명할 수 있다. 즉 Ar⁺이온照射中, 니켈표면이 완전히 偏析炭素(2原子層)로서 덮혀져 있으면 니켈막은 스퍼터되지 않는다.

이온照射에 의해 니켈표면상의 偏析炭素의 스퍼터링은 그 감소량이 니켈막 뒷면부터 확산과 表面偏析에 의해 보급된다면, 偏析炭素의 두께가 감소됨이 없이 니켈膜裏面の 炭化物膜中 탄소만이 감소한다는 실험결과가 설명된다. 이 모델에 의하면 높은 電流密度의 Ar⁺이온照射에서는 니켈막두께도 偏析炭素量도 감소할 것이 예상되는데, 같은 RBS法을 사용한 측정에서 확인되고 있다. 이와 같이 RBS分析은 재료에서

(그림 7) 니켈/니켈炭化物 2層 自己支持薄膜試料부터의 1.3MeV H⁺의 後方散乱 에너지 스펙트럼. a) 作成直後 Ar⁺이온照射前 試料에 관한것, b) 600°C에서 1.5μA/cm²의 5keV Ar⁺이온을 80分間照射한 試料의 스펙트럼, c) 125分間照射한 試料에 대한 스펙트럼



原子的 動的過程을 조사하는 데 매우 유용하다.

4. ERD法에 의한 輕元素의 分析

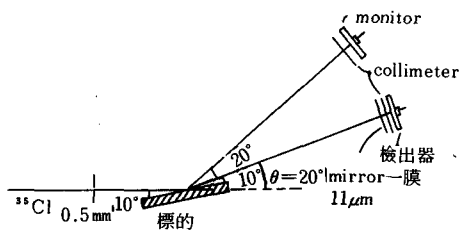
1974, 75년경부터 이온을 사용해서 물질속의 수소 深度分析을 행하는 기술은 달 암석에 대한 太陽風 영향, 유리공예품의 年代 결정, 核融合爐壁과 plasma와의 상호작용, 非晶質 실리콘 태양전지 등의 연구에 활용되어 왔다. 다음은 1977년 개최된 제 3회 ion beam分析의 국제회의에서 Ziegler 등이 보고한 논문에서 근거한 反跳粒子檢出法의 소개이다.

40keV H⁺를 10¹⁶/cm², 31keV D⁺를 10¹⁷/cm² 注入한 실리콘시료에 30MeV의 Cl⁺이온을 入射

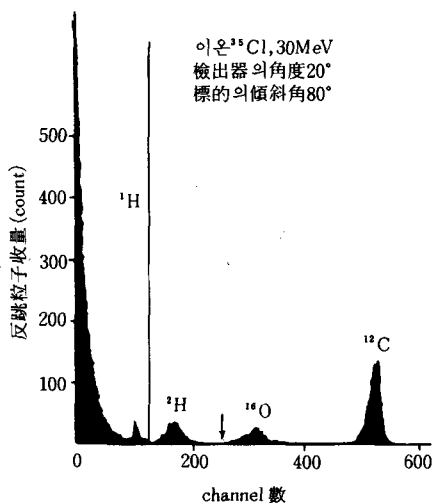
시키고 있다(그림8). 수소를 주입한 실리콘시료에서 산란된 Cl이온 에너지를 反跳水素나 重水素로부터 除去하기 위해 11 μ m의 mirror膜이 사용되고 있다. 이 측정 결과를 그림 9에 표시한다.

그림 9의 스펙트럼에는 실리콘 속에 주입된 중수소 및 수소의 peak가 명확히 나타나 있다. 그림속의 화살표는 시료표면에 존재하는 중수소가 나타나는 에너지이며, 이곳을 기준으로 해서 RBS 분석의 경우와 마찬가지로 注入重水素의 깊이가 평가되고 있다. 이때 式(2)의 系数 k 대신에 系数 f를, S₂에 대신하여 反跳粒子에 대한 物質阻止能을 사용한다. 그림속의 샤프한 피크는 시료표면에 존재하는 수소의 에너지와 일치하며, 시료표면에 흡착한 탄화수소나 물에서 생

(그림 8) 30MeV Cl이온을 사용한 標的試料부터 反跳된 輕粒子를 檢出하는 實驗配置圖.



(그림 9) 檢出器에서 測定한 標的試料까지의 反跳粒子에너지 스펙트럼.



긴 것이라 추정된다. 이 피크가 注入水素의 深度分析 기준으로 사용되고 있다. 이 방법의 深度分解能은 Si속 깊이 400nm에서 重水素에 대해 15nm, 水素에 대해 21nm이라고 평가되고 있다.

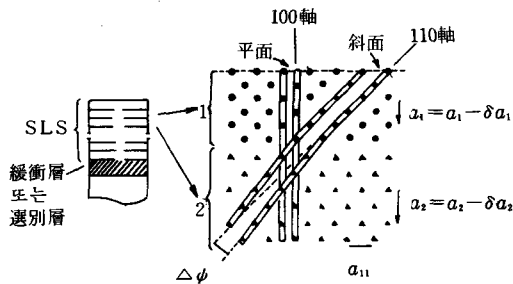
그림 9에는 酸素, 炭素의 피크도 크게 나타나 있다. 이들도 시료표면상의 흡착 불순물인데 검출기 전면의 미러필터를 통과할 때의 energy struggling으로 폭넓게 피크가 되어 있다. ERD 법을 사용하면 輕元素도 분석할 수 있다. 30 MeV Cl이온을 사용하여 Z=10의 원소까지 분석할 수 있다고 보고되고 있다.

5. Channeling을 사용한 多重結晶層界面의 應力解析

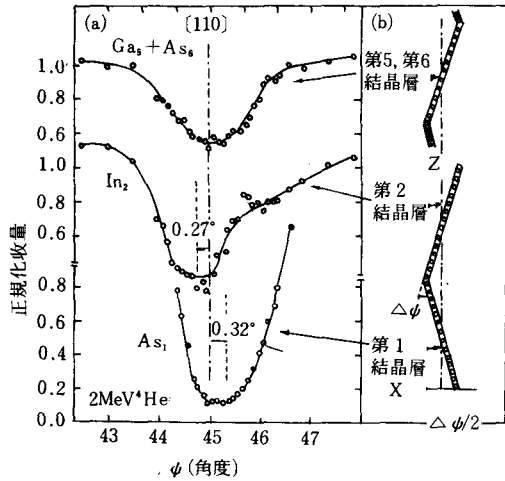
RBS法과 채널링효과를 병용하면 結晶界面에서의 格子不整合 등의 微視的인 이론이 얻어진다. 다음은 分子beam 기술을 사용해서 새로운 電子特性을 나타내는 多重成長結晶膜(SLS)의 제작에 응용된 보기로서 GaAs와 In_xGa_{1-x}As의 界面研究에 대한 내용이다.

그림10의 SLS膜에서는 格子不整合이 1.1% 정도이므로 成長方向의 <100>軸에서 界面의 원자는 깨끗하게 배열되어 있다. 성장방향에 수직인 各界面에서는 結晶自體의 格子不整合으로 인해 引張 및 壓縮의 應力이 상호 존재하여 各 各의 結晶層 <110>軸은 그림10과 같이 벗어난다.

(그림10) GaAs結晶層 1과 In_xGa_{1-x}As結晶層 2로 이루어진 多重成長結晶膜 (SLS).



(그림11) (a): 그림10의 SLS膜的 第1結晶層, 第2結晶層 및 第5, 6結晶層에 대한 後方散亂收量의 $\langle 110 \rangle$ 軸方向 入射角依存, (b): 各結晶層에 대한 $\langle 110 \rangle$ 軸方向原子概略圖



Picraux 등은 이 應力角 $\Delta\phi$ 를 RBS法과 角度스캐너 채널링法을 사용해서 직접적으로 결정할 수 있음을 보여주었다. 그 결과를 그림11에서 표시했다. 그림11(a)에는 그림11(b)에 표시한 깊이에 대응하는 結晶層內的 Ga 및 As 原子로부터의 散亂強度的 入射角依存이 표시되어 있다. 그림11(b)의 중앙선은 평균으로서의 $\langle 110 \rangle$ 軸方向이며, 각각의 결정층 $\langle 110 \rangle$ 軸에서 $+\Delta\psi h$ 벗어나 있다. 이와 같은 시료표면에 잘 콜리메이트된 이온 비임을 照射하면 각 결정층에 대한 後方散亂收量의 入射角依存(채널링 效果)은 평균의 결정축에 대해서 非對稱이 된다. 이것은 제1 결정층의 $\langle 110 \rangle$ 軸에 평행하게 입사한 이온 비임은 제1 결정층내에서 잘 채널링하여 이로 인해 後方散亂收量은 최소가 된다. 그러나 제2 결정층에서는 그 $\langle 110 \rangle$ 軸이 벗어나고 있기 때문에 제1 결정층에서 채널링하고 있었던 이온의 일부가 디채널링되어 後方散亂收率이 커진다.

한편, 이온 비임을 제1 결정층의 $\langle 110 \rangle$ 軸에서 $\Delta\psi$ 만큼 벗어난 각도에서 제2 결정층 $\langle 110 \rangle$ 軸에 평행하게 入射시키면, 제1 결정층에서 채널링하

는 이온의 비율은 평행하게 입사한 경우에 비해 적으며 후방산란수량은 높아진다. 그러나 제2 결정층에서 채널링하는 비율이 증가하여 이 층으로부터의 후방산란수량은 최소가 되며, 후방산란수량이 최소가 되는 각도는 제1 결정층에 대한 최소의 각도와 차이가 있다. 이온 비임이 결정내를 진행하는 동안에 디채널링되어 그 각도의 퍼짐이 증가하기 때문에 제5 및 제6의 결정층으로부터의 後方散亂收量曲線과 같이 대칭이 되어 最小値는 낮고 깊이의 半值幅도 좁아진다.

제1 결정층 및 제2 결정층에 대한 후방산란수량이 최소가 되는 入射角의 平均結晶軸으로부터 벗어나는 각에서 應力角이 결정된다. 그림11(a)에서 제1 결정층 및 제2 결정층에 대한 後方散亂收量이 최소가 되는 각도의 벗어남은 각각 0.32° 및 0.27° 임을 알 수 있다. 이들의 값은 제1 결정층의 $\langle 110 \rangle$ 軸과 제2 결정층의 그것과의 벗어난 應力角의 半分이므로 제1 결정층에 대한 값에서 직접 應力角을 0.64° 로 결정하였다.

채널링효과에서의 디채널링량의 측정에 따르는 평가에서 應력각의 결정도 행해지고 있는데, 이 방법은 가장 직접적이며 다른 분야에 대해서도 적용할 수 있어 일반성이 높은 편이다.

6. 結 言

MeV 이온 비임의 러더포드산란에 의한 表面層組成分析의 原理 및 그 응용예를 알아보았다. 이 방법의 가장 훌륭한 특징은 표면층의 조성 또는 불순물의 深度分析을 시료를 파괴함이 없이 되풀이해서 측정할 수 있는 점이다.

앞으로도 이온 비임을 사용한 材料解析의 새로운 응용이 개발되고 그 이용이 더욱 증가할 것으로 기대된다. 그러나 이 이온 비임 분석은 材料組成에 관한 것만 알 수 있으므로, 재료의 化學的, 電子的인 상태에 관한 정보는 다른 방법과 병용하는 것이 바람직하다.