

《기술보고》

SNU 1.5-MV 직렬형 반데그라프 가속기를 이용한 러더포드
후방산란 분광법에 의한 소재의 표면적층 분석

박혜일 · 배영덕 · 박준교 · 김명섭 · 곽종구 · 김창석

서울대학교 원자핵공학과

(1994. 10. 28 접수)

요 약

SNU 1.5-MV 직렬형 반데그라프 가속기로부터 얻은 0.5~2.2 MeV He^{++} 빔을 이용하여 러더포드 후방산란 분광법(RBS, Rutherford Backscattering Spectrometry)으로 여러가지 시료의 표면적층을 분석하였다. 먼저 RBS 분석시스템의 신뢰성을 확인하기 위하여 Micromatter사와 Charles Evans & Associates에서 제작한 14종 33개의 표준시료들에 대한 후방산란 실험을 수행하여, 각 층의 두께, 원소 조성비 및 주입 이온의 깊이, 분포폭을 측정하였다. 결정된 이 값들은 제시된 값과 3% 이내로 일치하였다. 이와 같이 본 RBS 분석시스템의 신뢰성을 확인한 후, 분석을 의뢰받은 22종 87개의 시료에 대해, 빔에너지, 후방산란의 기하학적 구조 등의 최적 조건하에서 후방산란 실험을 수행하였다. 그 결과, 분석가능한 두께의 한계를 벗어난 2종 3개의 시료를 제외한 나머지 모든 시료에 대해 각 층의 두께, 원소조성비 및 농도분포를 결정할 수 있었으며, 측정치의 통계오차는 8% 이내였다. 다양한 종류의 많은 시료들에 대한 표면적층 분석을 수행한 경험을 통하여, RBS 분석에서 신뢰도 높은 결과를 얻기 위해 분석시스템에서 필수적으로 고려해야 할 요소들을 파악할 수 있었으며, 분석결과에 대한 신뢰도는 분석시스템의 체계화 뿐만 아니라 시료의 상태에 따라 크게 좌우됨을 알 수 있었다. 결론적으로 주의깊은 시료준비와 RBS 분석시스템의 최적화를 통해 신뢰도 높은 표면적층 분석이 가능함을 확인하였다.

1. 서 론

러더포드 후방산란 분광법(RBS, Rutherford Backscattering Spectrometry)은 최근 급속하게 발전하고 있는 이온빔 이용기술의 하나로서, 소재 표면의 적층구조 분석에 널리 이용되고 있다. 이러한 RBS는 비파괴 분석법으로서 입사 이온빔의 선택에 따라 거의 모든 원소의 분석이 가능하며, 분해능, 제어가능성, 재현성, 처리속도면에서 매우 우수한 특성을 보이고 있다. 따라서 가속기를 이용한 RBS에 의한 표면분석은 현재 대부분의 선진국과 중진국에서 활용하고 있고, 특히 반도체 제조와 금속 및 고체물리 연구에서 매우 중요한 분석수단으로 사용되고 있으며, 철강 및 금속재 산업, 초전도 기기 산업 등 그 응용분야는 실로 다양하다.

RBS는, 이온빔이 표적물질에 입사되어 원자와의 상호작용에 의하여 에너지를 잃고 표적핵과 탄성충돌하여 후방산란된 입자의 에너지분포를 측정함으로써 표적물질의 원소조성비와 두께 및 깊이에 따른 표적원소의 농도 분포를 결정할 수 있는 절대측정법이며, 표적물질에 따라서 수천 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 까지의 두께를 측정할 수 있다.

본 학과의 VDG 가속기 실험실에서는 SNU 1.5-MV 직렬형 반데그라프 가속기를 운용해 오고 있는 바, $\text{F}^{19}(\text{p}, \alpha\gamma)\text{O}^{16}$ 공명핵반응을 이용하여 에너지검정을 수행하였으며, 양성자빔을 이용하여 PIXE(Particle Induced X-ray Emission)법에 의한 미량원소 분석을 수행한 바 있다.^[1-4] 또한 본 가속기로부터 얻은 0.5~2.2 MeV He^{++} 빔을 이용하여, 여러가지 원소로 구성된 다양한 구조의 많은 시료에 대해 RBS에 의한 표면적층

분석을 수행해오고 있다.^[5-8] 표면분석의 신뢰도 향상을 위해 러더포드 후방산란 분광계통에서의 He 이온의 에너지 점정을 수행하였으며,^[9, 10] 깊이분해능을 고려한 분석계통의 최적화와^[11] 에너지 호트리짐,^[12] 저지단면적의 측정^[13, 14]에 대한 연구도 병행하여 왔다. 이와 같은 연구를 토대로 소재의 표면적층 분석을 위한 RBS 분석계통을 성공적으로 체계화하였으며, 신뢰도 높은 분석방법을 확립하였다. 현재까지 분석한 시료는 표준 박막시료 14종 33개와 분석을 의뢰받은 시료 22종 87개이며, 이 중에서 분석가능한 두께의 한계를 벗어난 2종 3개의 시료를 제외한 나머지 모든 시료에 대한 원소 조성비, 두께 및 농도분포를 측정하여 우수한 결과를 얻었다.

본 보고서에서는 RBS에 의한 표면적층 분석의 다양한 사례를 소개하고, 분석경험으로부터 얻은, RBS 분석법에서 필수적으로 고려해야 하는 요소들에 대해 살펴보고자 한다.

2. 분석 이론

입사이온이 표적핵과 충돌하여 산란각 θ 로 산란될 때 산란전후의 에너지의 비율인 Kinematic factor K 는 표적핵의 질량에 대한 함수이므로, RBS에 의한 표면분석법에서는 산란전후의 에너지 관계로부터 표적원소를 식별할 수 있다.^[15] 단일원소로 구성된 시료의 두께는 후방산란 스펙트럼의 에너지폭 ΔE 로부터

$$Nt = \Delta E / [\epsilon] \quad (1)$$

와 같이 구할 수 있으며, $[\epsilon]$ 는 저지단면적인자(Stopping cross-section factor)로서

$$[\epsilon] = \frac{K}{\cos \theta_1} \epsilon_{in} + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon_{out} \quad (2)$$

와 같다.^[16] 여기서, θ_1, θ_2 는 입사 및 탈출각이며, $\epsilon_{in}, \epsilon_{out}$ 은 입사 및 탈출시의 평균 저지단면적이다. 화합물 시료 A_mB_n 의 경우, 해당원소에 대한 스펙트럼의 High-energy edge의 높이 H_{A0}, H_{B0} 로부터 원소구성비는

$$\frac{n}{m} = \frac{H_{B0}}{H_{A0}} \frac{\sigma_A(E_0)}{\sigma_B(E_0)} \frac{[\epsilon_0]_B^{AB}}{[\epsilon_0]_A^{AB}} \quad (3)$$

과 같이 구할 수 있으며,^[17] 여기서 $\sigma_A(E_0), \sigma_B(E_0)$ 는 입사에너지 E_0 에 대한 산란단면적이다. 또 $[\epsilon_0]_A^{AB}$ 와

$[\epsilon_0]_B^{AB}$ 는

$$[\epsilon_0]_A^{AB} = \frac{K_A}{\cos \theta_1} \epsilon^{AB}(E_0) + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon^{AB}(K_A E_0) \quad (4)$$

$$[\epsilon_0]_B^{AB} = \frac{K_B}{\cos \theta_1} \epsilon^{AB}(E_0) + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon^{AB}(K_B E_0) \quad (5)$$

와 같으며, K_A, K_B 는 해당원소의 Kinematic factor들이고, $\epsilon^{AB}(E)$ 는 화합물 A_mB_n 에 대한 저지단면적이다. 위의 성분비를 토대로 화합물 시료의 두께는

$$N^{AB}t = \Delta E_A / [\epsilon]_A^{AB} \quad (6)$$

과 같이 구할 수 있다.^[18] 다층 시료의 경우에는 첫번째 층의 분석방법은 위와 같으나, 두번째 층부터는 입사시와 탈출시에 분석하고자 하는 층보다 위에 있는 층에 의한 에너지 손실을 고려하여 그 성분비와 두께를 구할 수 있다.^[19] 또 이온 주입된 시료의 주입량, 주입된 원소의 위치 및 깊이분포는 (3), (6)식을 응용하여 구할 수 있다.^[20]

이와 같은 분석이론을 바탕으로 실제 표면분석시에는 질량분해능 및 깊이분해능을 고려하여 빔에너지, 산란각, 입사각, 탈출각 등의 조건을 최적화함으로써 신뢰도 높은 분석결과를 얻을 수 있다.^[11, 21-25]

3. 장치 개요

RBS에 의한 박막시료의 표면적층 분석에 사용된 이온빔은, 질량분해능과 깊이분해능을 고려할 때 가장 우수한 에너지 영역에 속하는,^[26] 0.5~2.2 MeV He^{++} 빔을 사용하였으며, SNU 1.5-MV 직렬형 반데그라프 가속기로부터 얻었다. 표적함은 러더포드 후방산란 실험 뿐만 아니라 PIXE 실험이 가능하도록 설계되어 있으며, 표적함내의 진공도는 4.0×10^{-6} Torr 이하로 유지되었다. 표적함 중앙에는 시료를 장착하고 입사빔에 대한 시료의 각도를 조정하기 위해 Goniometer가 부착된 시료 장착대를 설치하였으며, Goniometer의 각도는 He-Ne 레이저로 정렬하였다. 러더포드 후방산란 실험을 위한 하전입자 검출기는 산란각 160° 의 위치에 시료로부터 55 mm의 거리에 설치하였으며, 입체각은 3.163 msr이었다. 하전입자 검출기는 본 가속기로부터 얻을 수 있는 He^{++} 이온빔의 에너지 영역에 적합한 규격의 SSB(Silicon Surface Barrier) 검출기와 PIPS

(Passivated Implanted Planar Silicon) 검출기를 사용하였으며, PIPS 검출기의 에너지분해능은 Am^{241} 표준선원으로부터 방출된 5.486 MeV α 선에 대해 12 keV(FWHM)였다. 후방산란 스펙트럼을 얻기 위해 Detector-Preamplifier-Amp-ADC-MCA로 구성된 하전입자 분광계통을 구성하였으며, 분광계통의 선형성이 우수함을 확인하였다.^[9, 10] 시료에 조사되는 He^{++} 이온빔의 직경은 5 mm였으며, 평균 빔전류는 2 nA로서 평균 빔 조사 시간은 15분이었다.

4. 분석 사례

RBS 분석계통의 타당성 및 신뢰성을 확인하기 위하여 Micromatter사와 Charles Evans & Associates의 여러 표준시료를 분석하였으며, 그 종류는 다음과 같다.

- ☐ 단일층 단일원소 시료 : Au 등 8종 27개(Micromatter사 제작)
- ☐ 단일층 화합물 시료 : CuS_x 등 4종 4개(Micromatter사 제작)
- ☐ 삼중층 화합물 시료 : W-silicide(Charles Evans & Associates 제작)
- ☐ 이온 주입 시료 : Au 주입된 Si(Charles Evans & Associates 제작)

이와 같은 표준시료에 대한 후방산란 실험을 통해 얻은 후방산란 스펙트럼을 분석하여 시료의 구성원소의 종류, 두께 및 주입 원소의 양과 깊이에 따른 농도분포를 결정하였으며, 제작사에 의해 주어진 값과 비교하였다. 그 결과 측정치는 제작자측이 제시한 값과 3% 이내로 일치하였으며, 측정치들의 오차는 8% 이내로서 본 RBS 분석계통의 신뢰성을 확인할 수 있었다.

RBS 분석계통에 대한 신뢰성을 바탕으로 하여 분석 의뢰된 시료의 표면적층을 분석하였으며, 분석 의뢰처와 분석을 의뢰받은 시료의 종류는 다음과 같다.

- ☐ 1991년 3월 8일 삼성전자 반도체부문 기흥연구소 최진석 연구원 : 단일층 Ti-silicide, Ta-silicide 시료 등 2종 6개
- ☐ 1991년 4월 12일 서울대학교 반도체공동연구소 : 단일층 Ta-oxide 시료 6개
- ☐ 1991년 4월 12일 삼성전자 반도체부문 기흥연구소 최진석 연구원 : 단일층 Ti-silicide 시료 12개

- ☐ 1991년 4월 12일 동국대학교 : 단일층 GaAs 시료 2개
- ☐ 1991년 5월 10일 삼성전자 반도체부문 기흥연구소 최진석 연구원 : 단일층 Ti-silicide, Mo-silicide, 이중층 Ti-silicide 시료 등 3종 20개
- ☐ 1991년 6월 11일 삼성전자 반도체부문 기흥연구소 최진석 연구원 : 이중층 W-silicide 시료 1개
- ☐ 1991년 9월 3일 삼성전자 반도체부문 기흥연구소 최진석 연구원 : 이중층 TiN 시료 4개
- ☐ 1991년 9월 13일 서울대학교 금속공학과 : 단일층 Co-silicide, 이중층 Co-silicide 시료 등 2종 4개
- ☐ 1991년 10월 7일 서울대학교 무기재료공학과 : 단일층 Co, 이중층 Co-Ti 시료 등 3종 13개
- ☐ 1991년 10월 17일 금성일렉트론 반도체연구소 이재갑, 이은구 연구원 : 단일층 Ti-silicide, 다중층 W-silicide, As 주입된 Si 시료 등 3종 8개
- ☐ 1991년 12월 9일 서울대학교 물리학과 : 단일층 GaAs 시료 1개
- ☐ 1992년 11월 4일 서울대학교 무기재료공학과 : 다중층 GaAs 시료 2개
- ☐ 1992년 11월 9일 서울대학교 무기재료공학과 : 단일층 Ti-oxide 시료 3개
- ☐ 1993년 6월 18일 한양대학교 산업대학원 조병섭 연구원 : 이중층 Zn-oxide 시료 5개

이와 같은 여러가지 원소의 다양한 구조를 가진 많은 시료에 대해 빔에너지, 산란각, 입사각 등에 대한 최적의 실험조건으로 러더포드 후방산란 실험을 수행하였다. 실험을 통해 얻은 후방산란 스펙트럼을 해석하기 위해, 스펙트럼의 형태와 결정하고자 하는 변수에 따라서 Straight line method^[25, 27]와 Gaussian fitting method^[27, 28]를 사용하였으며, 후방산란 스펙트럼 모사 프로그램인 RUMP-code^[29]의 결과와 비교하였다. 본문의 그림(전체)에서 실선으로 나타낸 스펙트럼이 RUMP-code를 이용하여 모사한 결과이다. 이러한 과정을 통해 시료의 표면적층을 분석한 결과를 시료의 종류별로 나타내면 다음과 같다.

4.1. 단일층 단일원소 시료

서울대학교 무기재료공학과에서 의뢰한 Co 시료에 1.54 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 1과 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의

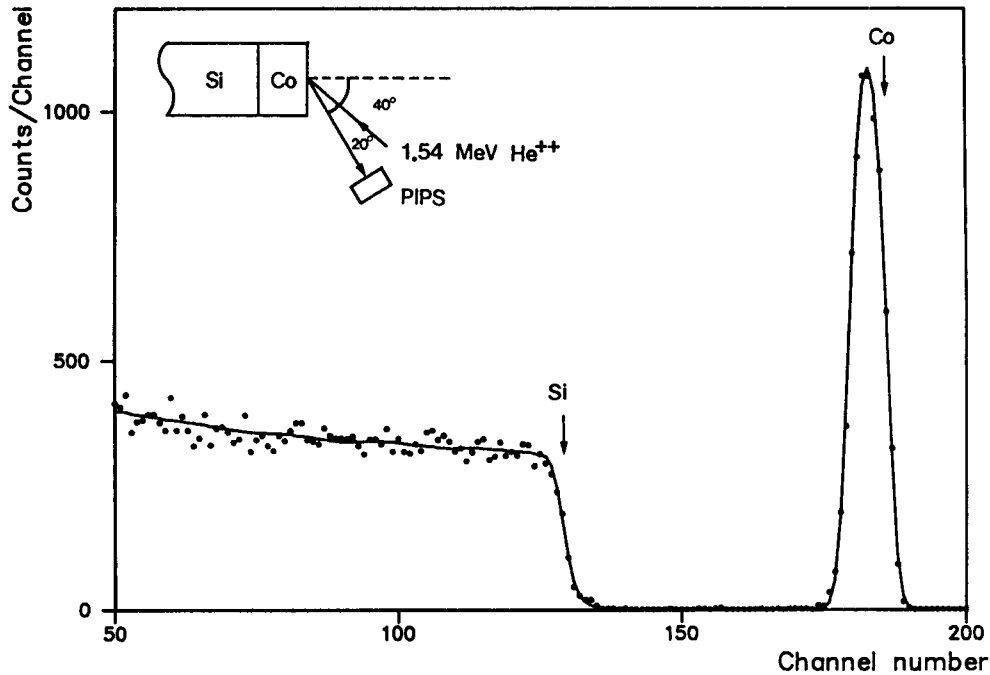


Fig. 1. Backscattering Spectrum for 1.54 MeV He^{++} Ions Incident on the Monolayered Film of Co on Si Substrate.

High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면이 Co 층으로 되어 있음을 알 수 있으며, 에너지폭으로부터 (1)식에 의해 두께가 $185 \pm 3 \text{ \AA}$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Co 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의 왼쪽에 있는 Step의 위치와 형태로부터 Co 층 아래는 Si 기판임을 알 수 있다. 본 시료와 같은 두께가 얇은 시료를 분석하는 경우에는 그림 1과 같이 시료의 Tilting 각도를 크게 함으로써 두께를 보다 정확하게 결정할 수 있다.

4.2. 단일층 화합물 시료

① 금성 일렉트론 반도체 연구소 이재갑, 이은구 연구원이 의뢰한 Ti-silicide 시료에 1.53 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 2와 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Ti가 함유되어 있음을 알 수 있으며, Ti 피크 다음에 나타나는 Step의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수 있다. 그러므로

표면층은 Ti-silicide로서 Ti에 대한 Si의 성분비는 두 원소에 의한 High-energy edge의 높이비로부터 (3)식에 의해 1.93 ± 0.12 이며, 두께는 (6)식에 의해 $29.2 \pm 0.3 \text{ } \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Ti-silicide 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의 왼쪽에 있는 Step으로부터 기판은 Si임을 알 수 있다. 본 시료의 경우, 두께를 고려하여 Tilting 각도를 증가 시킴으로써 원소조성비 및 두께 결정의 정확도를 향상시킬 수 있었다.

② 서울대학교 반도체공동연구소에서 의뢰한 Ta-oxide 시료에 1.62 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 3과 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Ta가 함유되어 있음을 알 수 있으며, 저에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 O도 함유되어 있음을 알 수 있다. 따라서 표면층은 Ta-oxide로서 O 원자 5개에 대한 Ta 원자의 성분비는 두 원소에 의한 High-energy edge의 높이비로부터

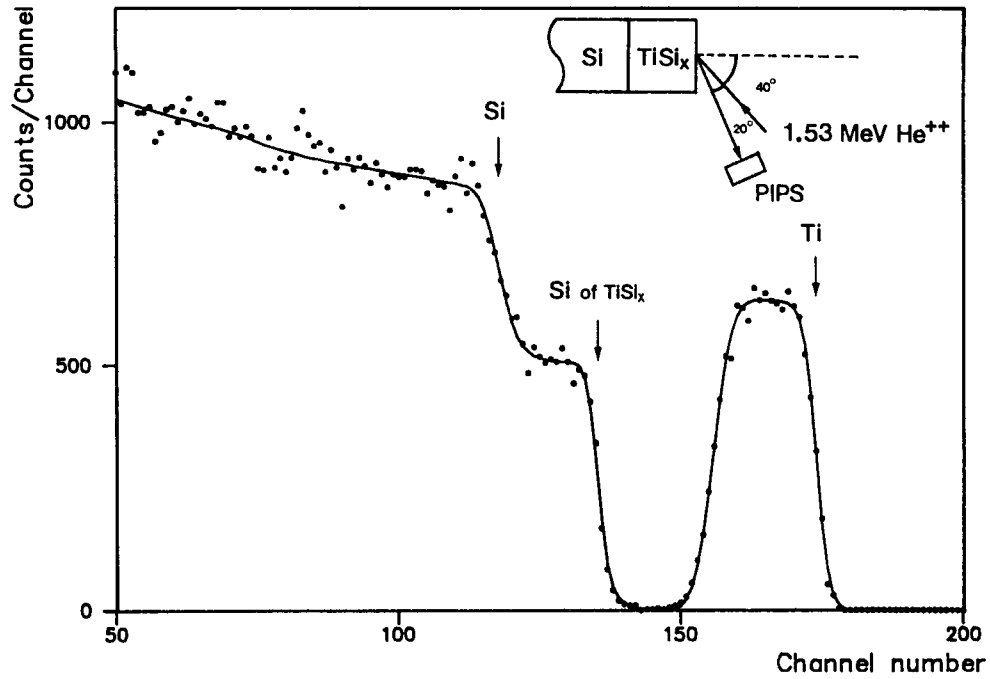


Fig. 2. Backscattering Spectrum for 1.53 MeV He^{++} Ions Incident on the Monolayered Film of TiSi_x on Si Substrate.

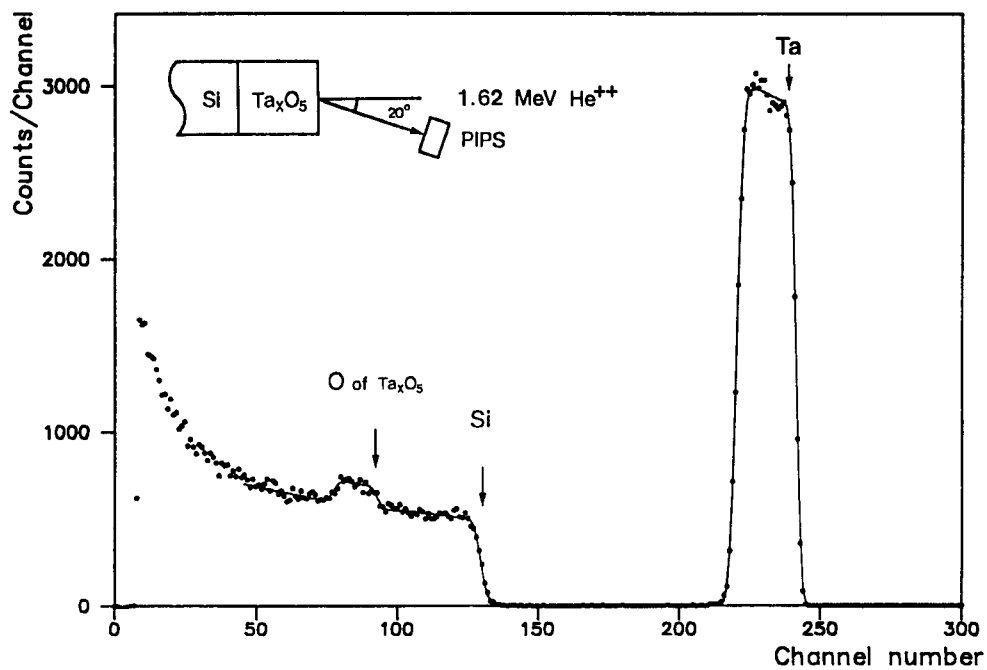


Fig. 3. Backscattering Spectrum for 1.62 MeV He^{++} Ions Incident on the Monolayered Film of Ta_xO_5 on Si Substrate.

(3)식에 의해 1.96 ± 0.05 이며, 두께는 (6)식에 의해 $107.1 \pm 0.4 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Ta-oxide 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의 왼쪽에 있는 Step으로부터 기판은 Si임을 알 수 있다.

4.3. 이중층 단일원소 시료

서울대학교 무기재료공학과에서 의뢰한 Co-Ti 시료에 1.54 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 4와 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면이 Co 층으로 되어 있음을 알 수 있으며, 에너지쪽으로부터 (1)식에 의해 두께가 $225 \pm 3 \text{ \AA}$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Co 층에서의 에너지 손실을 고려하면, Co 피크보다 낮은 에너지 영역의 피크는 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 Ti 피크임을 알 수 있으며, 에너지쪽으로부터 두께가 $244 \pm 11 \text{ \AA}$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Co 층과 Ti 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의

왼쪽에 있는 Step은 Si임을 알 수 있다. 따라서 이 시료는 Si 기판위에 Ti 층이 있고 그 위에 다시 Co 층이 있음을 알 수 있다. 본 시료의 경우, 두께를 고려하여 시료의 Tilting 각도를 크게 하였다.

4.4. 이중층 화합물 시료

① 삼성전자 최진석 연구원이 의뢰한 W-silicide 시료에 1.45 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 5와 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료의 표면층에 W이 함유되어 있음을 알 수 있으며, W 피크 다음에 나타나는 Step의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수 있다. 그러므로 표면층은 W-silicide로서 W에 대한 Si의 성분비는 두 원소에 의한 High-energy edge의 높이비로부터 (3)식에 의해 2.74 ± 0.18 이며, (6)식에 의해 두께는 $124.6 \pm 0.4 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 W-silicide 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의 왼쪽에 있는 작은 피크의 High-

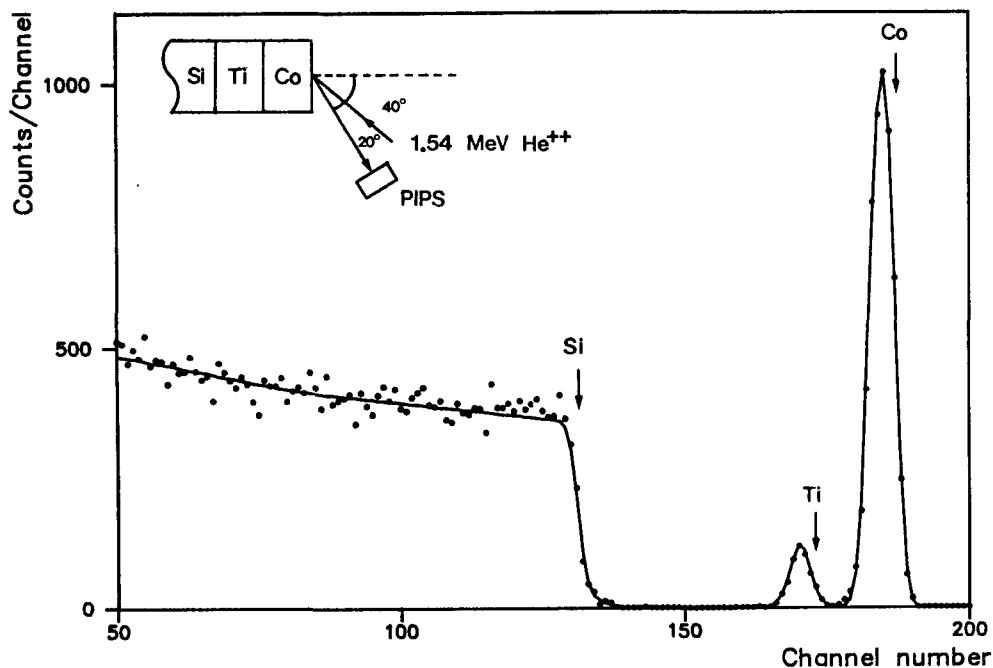


Fig. 4. Backscattering Spectrum for 1.54 MeV He^{++} Ions Incident on the Two-Layered Film of Co-Ti on Si Substrate.

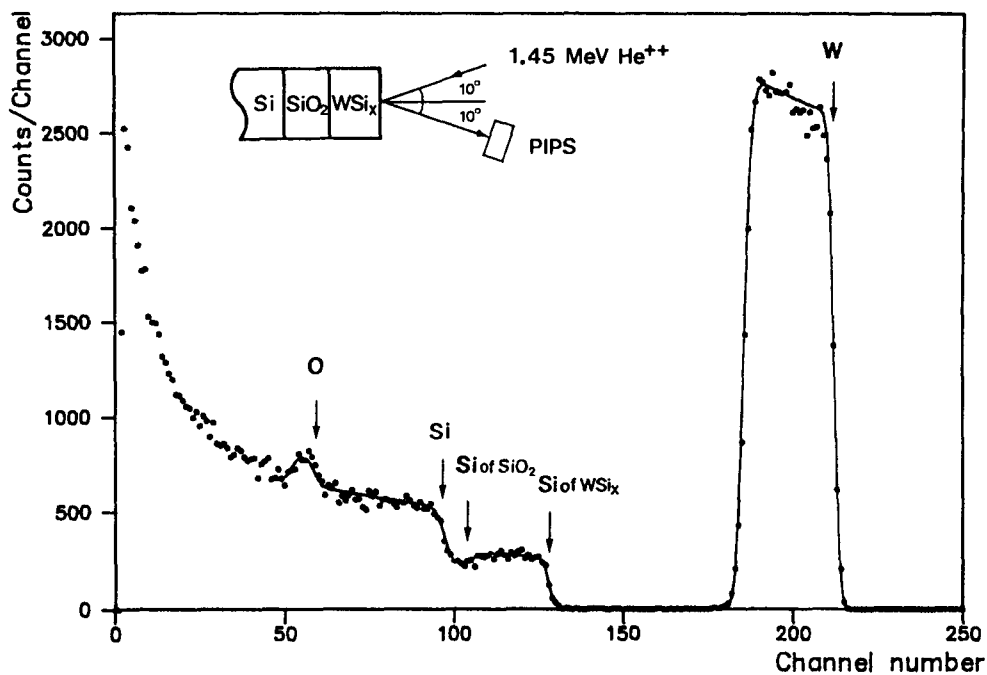


Fig. 5. Backscattering Spectrum for 1.45 MeV He⁺⁺ Ions Incident on the Two-Layered Film of WSix-SiO₂ on Si Substrate.

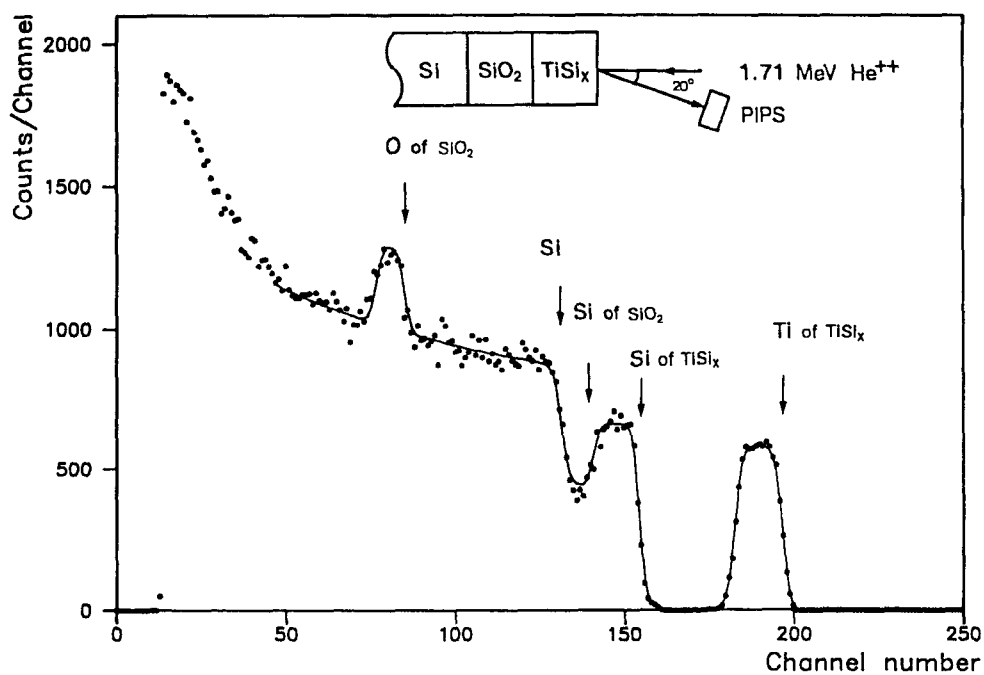


Fig. 6. Backscattering Spectrum for 1.71 MeV He⁺⁺ Ions Incident on the Two-Layered Film of TiSix-SiO₂ on Si Substrate.

energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 두 번째 층에는 O가 함유되어 있음을 알 수 있으며, 표면층의 Si에 의한 Spectrum이 Low-energy edge를 완전히 형성하지 못하고 계속 이어지는 것으로 보아 두 번째 층에도 Si가 함유되어 있음을 알 수 있다. 그러므로 두 번째 층은 SiO_2 로서 O 피크의 에너지폭으로부터 두께는 $16.6 \pm 0.6 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. Si에 의한 Spectrum은 계속 이어져 다시 High-energy edge 모양이 생겨 저에너지 영역까지 이어지는데, 이로부터 두 번째 층인 SiO_2 층 아래에 Si이 기판을 이루고 있음을 알 수 있다.

② 삼성전자 최진석 연구원이 의뢰한 Ti-silicide 시료에 1.71 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 6과 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Ti이 함유되어 있음을 알 수 있으며, Ti 피크 다음에 나타나는 Step의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수 있다. 그러므로 표면층은 Ti-silicide로서 Ti에 대한 Si의 성분비는 두 원소에 의한 High-energy edge의 높이비로부터 (3)식에 의해 2.70 ± 0.15 이며, (6)식에 의해 두께는 $39.8 \pm 0.4 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. Ti-silicide 층에서의 에너지 손실을 고려하면, 스펙트럼의 왼쪽에 있는 피크는 O에 의한 것임을 알 수 있으며, 표면층에서의 Si 피크의 Low-energy edge가 완전히 형성되지 못하고 스펙트럼이 계속 이어지는 것으로 보아 두 번째 층은 SiO_2 임을 알 수 있다. 이 층의 두께는 O 피크의 에너지폭으로부터 $25.6 \pm 0.6 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 표면의 Ti-silicide 층과 SiO_2 층에서의 에너지 손실을 고려하면, O 피크 앞의 Step은 이 시료의 기판인 Si에 의한 것임을 알 수 있다.

4.5. 삼중층 화합물 시료

① Charles Evans & Associates에서 제작한 W-silicide 시료에 2.17 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 7과 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 W이 함유되어 있음을 알 수 있으며, W 피크 다음에 나타나는 Step의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수 있다. 그러므로 표면층은 W-silicide로서 W에 대한 Si의 성분비는 두 원소에 의

한 High-energy edge의 높이비로부터 (3)식에 의해 2.53 ± 0.05 이며, W 피크의 에너지폭으로부터 (6)식에 의해 두께는 $134.6 \pm 0.1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 표면층의 Si에 의한 Spectrum이 Low-energy edge를 형성하지 못하고 계속 이어지는 것으로 보아 두 번째 층은 Si으로 이루어져 있음을 알 수 있으며, 두께는 $42.1 \pm 0.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이다. Si에 의한 스펙트럼이 계속 이어지는 것으로 보아 세 번째 층은 표면층과 두 번째 층에서와 같이 Si를 함유하고 있음을 알 수 있으며, 기판 역시 Si임을 알 수 있다. 스펙트럼의 왼쪽에 있는 작은 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 세 번째 층에는 O도 함유되어 있음을 알 수 있으므로 세 번째 층은 SiO_2 로서 O 피크의 에너지폭으로부터 두께는 $20.1 \pm 0.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 본 시료는 표면적층의 구조가 복잡하고 두께가 크므로 입사 He^{++} 빔의 에너지를 증가시켜 후방산란 실험을 수행하였다.

② 금성 일렉트론 반도체 연구소 이재갑, 이은구 연구원이 의뢰한 W-silicide 시료에 1.53 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 8과 같다. 스펙트럼에서 고에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 W이 함유되어 있음을 알 수 있으며, 오른쪽으로부터 세 번째 피크의 위치로부터 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수 있다. W에 대한 Si의 성분비는 두 원소에 의한 High-energy edge의 높이비로부터 (3)식에 의해 3.74 ± 0.05 이며, 두께는 피크의 폭으로부터 (6)식에 의해 $40.0 \pm 0.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 임을 알 수 있다. 그림 8에서 오른쪽으로부터 두 번째 피크와 가장 왼쪽에 있는 피크로부터 시료의 두 번째 층이 TiN으로 구성되어 있음을 알 수 있으며, 그 두께는 Ti 피크의 폭으로부터 (6)식에 의해 $49.9 \pm 0.3 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 로 결정되었다. 표면층의 Si에 의한 Step 다음에 나타나는 두 개의 Step은 세 번째 층인 SiO_2 층의 Si와 기판을 이루는 Si에 의해 나타나며, 가장 왼쪽 작은 피크는 세 번째 층인 SiO_2 층의 O와 두 번째 층인 TiN 층의 N에 의한 것이다. 세 번째 층은 SiO_2 이며 두께는 $14.8 \pm 0.3 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이다.

4.6. 이온 주입 시료

① Charles Evans & Associates에서 제작한 Au가 주입된 Si 표준시료에 0.70 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 9와 같다. Au 피크 다음에 나타나는 Step의 위치와 계속 이어지는 형태로 보

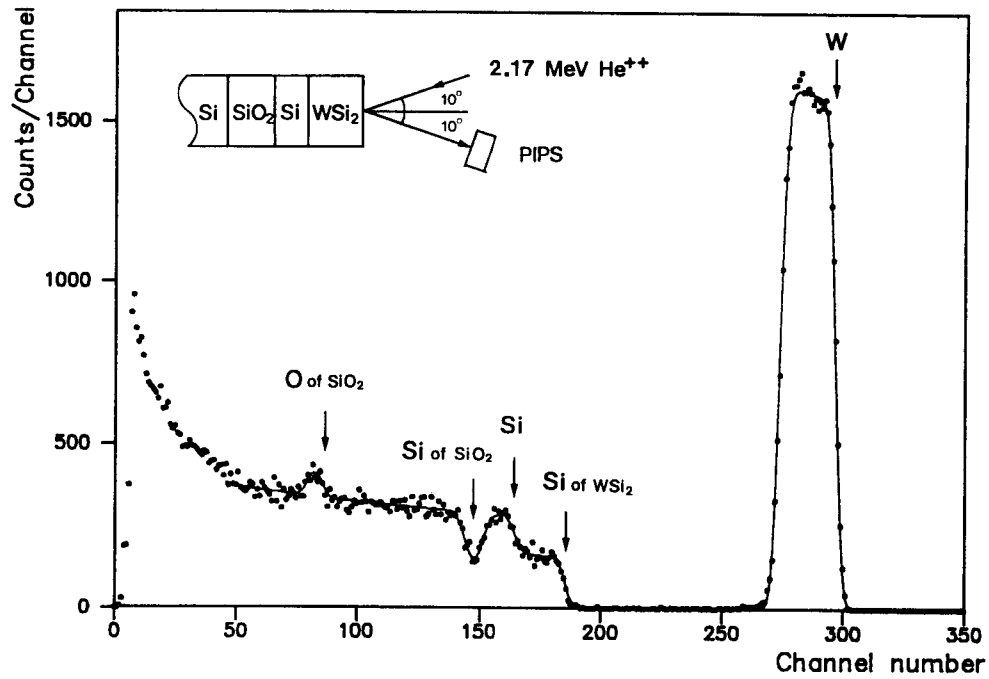


Fig. 7. Backscattering Spectrum for 2.17 MeV He⁺⁺ Ions Incident on the Three-Layered Film of WSi₂-Si-SiO₂ on Si Substrate.

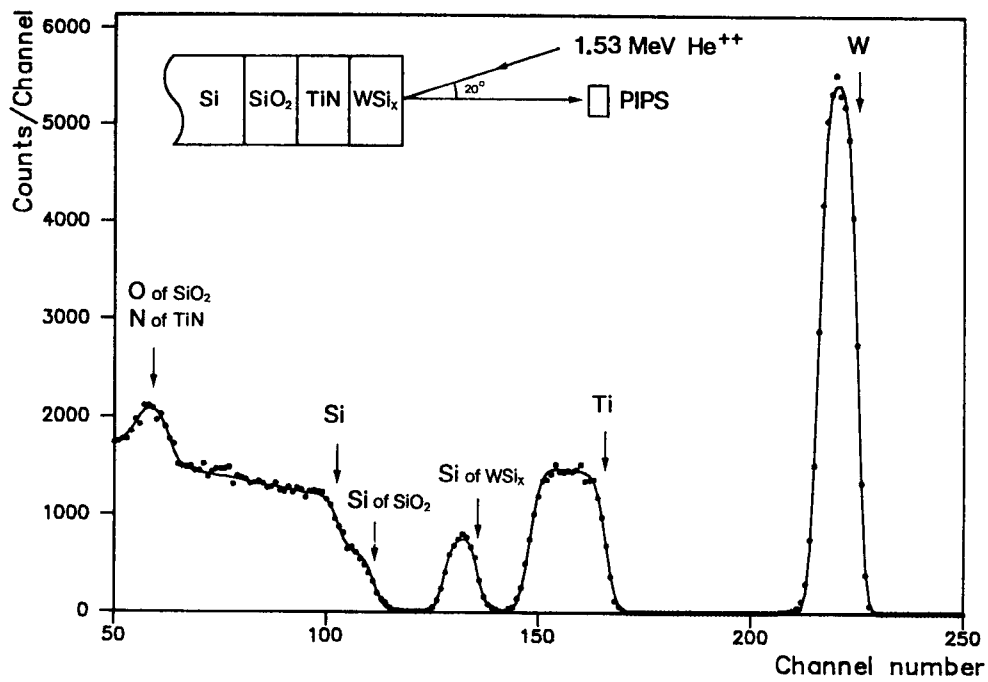


Fig. 8. Backscattering Spectrum for 1.53 MeV He⁺⁺ Ions Incident on the Three-Layered Film of WSix-TiN-SiO₂ on Si Substrate.

아 Si이 기판을 이루고 있음을 알 수 있다. Au 피크의 중심위치에 해당하는 에너지 값과 피크의 폭으로부터 Au 원자가 시료 표면으로부터 $722 \pm 19 \text{ \AA}$ 의 깊이에 표준편차 $193 \pm 5 \text{ \AA}$ 의 폭을 가진 Gauss 함수형태로 분포하고 있음을 알 수 있으며, 그 양은 피크의 면적으로부터 $1.00(\pm 0.03) \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^2$ 로 결정되었다. 본 시료의 경우, 분석의 대상이 되는 변수가 이온 주입량과 깊이에 따른 농도분포이므로, 산란단면적과 깊이 분해능을 고려한 최적의 입사빔 에너지를 선택함으로써 분석의 정확도를 향상시켰다.

② 금성 일렉트론 반도체 연구소 이재갑, 이은구 연구원이 의뢰한 As 이온을 주입한 시료에 1.53 MeV He^{++} 빔을 입사시켜 얻은 후방산란 스펙트럼은 그림 10과 같다. 스펙트럼에서 저에너지쪽 피크의 High-energy edge의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료의 표면층에 O가 함유되어 있음을 알 수 있으며, As 피크 다음에 나타나는 Step의 위치에 해당하는 에너지 값으로부터 시료 표면층에 Si도 함유되어 있음을 알 수

있다. 따라서 표면층은 Si-oxide로서 Si에 대한 O의 성분비는 1.69 ± 0.14 이며, 두께는 $54.0 \pm 0.7 \text{ \mu g/cm}^2$ 임을 알 수 있다. 이러한 표면의 Si-oxide 층에서의 에너지 손실을 고려하면, O 피크 앞의 Step은 기판을 이루는 Si임을 알 수 있다. 고에너지쪽 As 피크의 중심 위치에 해당하는 에너지 값과 피크의 폭으로부터 As 원자가 시료표면으로부터 $3010 \pm 40 \text{ \AA}$ 의 깊이에 표준편차 $330 \pm 20 \text{ \AA}$ 의 폭을 가진 Gauss 함수형태로 분포하고 있음을 알 수 있으며, 그 양은 As 피크의 면적으로부터 $4.3(\pm 0.2) \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^2$ 로 결정되었다. 본 시료는 이온주입량이 그림 9의 시료보다 많고, 주입된 위치가 깊으며, 표면에 부가의 두꺼운 Si-oxide 층이 존재하므로 이를 고려한 최적의 에너지로 후방산란 실험을 수행하였다.

5. 결 론

RBS 분석계통을 검정하기 위하여 표준박막시료에

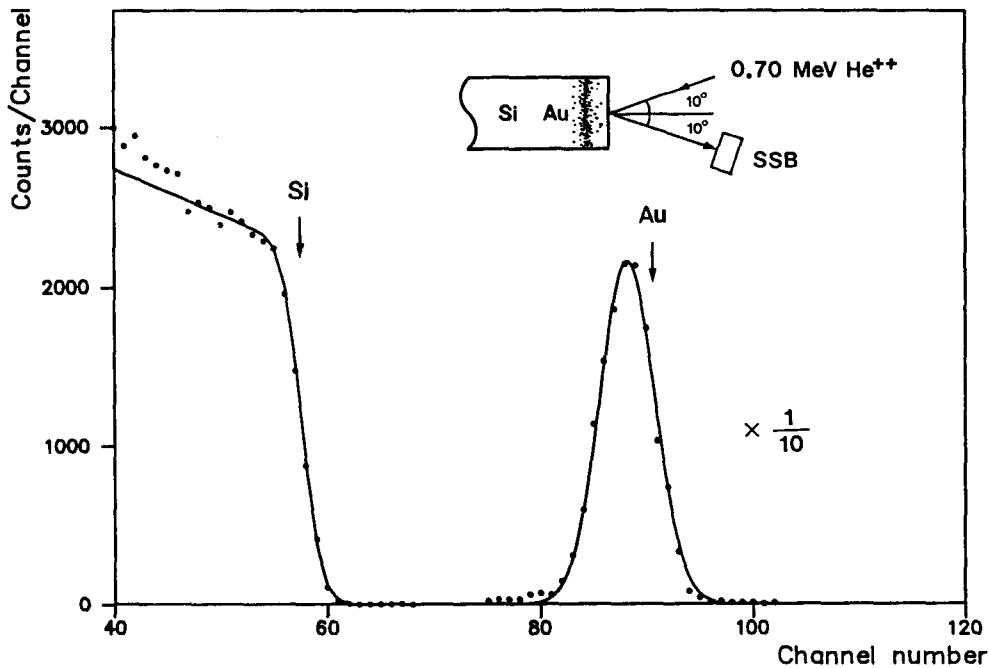


Fig. 9. Backscattering Spectrum for 0.70 MeV He^{++} Ions Incident on the Si Sample Implanted with Au Ions.

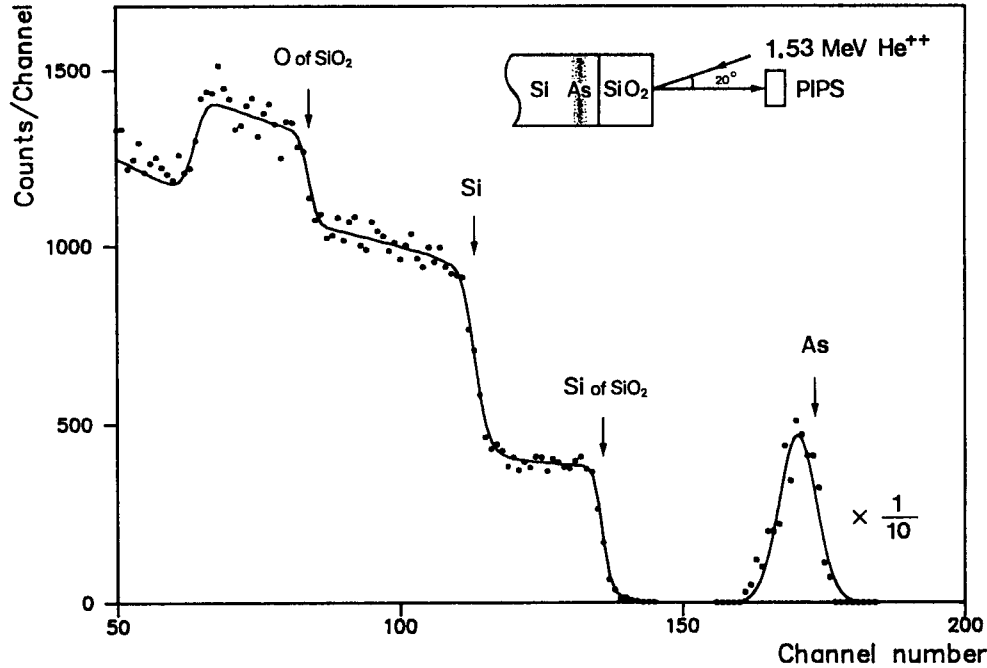


Fig. 10. Backscattering Spectrum for 1.53 MeV He^{++} Ions Incident on the Monolayered Film of SiO_2 on Si Substrate Implanted with As Ions.

대한 두께 및 성분비를 분석하여 제시된 값과 3% 이내로 일치하는 결과를 얻음으로써, 본 분석시스템의 표면분석에 대한 신뢰성을 확인할 수 있었다. 타기관에서 분석의뢰된 여러가지 시료의 표면적층을 분석한 결과 측정값의 통계오차가 8% 이내로서 매우 신뢰도 높은 결과를 얻을 수 있었다.

다양한 종류의 많은 시료들에 대한 표면적층 분석을 수행한 경험을 통하여, RBS 분석에서 신뢰도 높은 결과를 얻기 위해 필수적으로 고려해야 할 요소들을 파악할 수 있었으며, 그 내용은 다음과 같다.

- 입사 이온빔의 에너지 : 주어진 시료의 두께에 대해 분석 가능한 에너지 이상이 되어야 하며, 깊이분해능을 고려한 최적의 에너지를 선택해야 한다. 또 여러 원소로 구성된 시료의 경우, 후방산란 스펙트럼상에서 각 원소에 해당하는 피크가 잘 분리되어 분석이 용이하도록 하기 위한 적절한 에너지 선택이 중요하다.
- 후방산란의 기하학적 구조 : 산란각은 질량분해능을 고려할 때 가능한 한 최대로 하는 것이 유리하며, 입

사 빔에 대한 시료의 각도는 Channeling 효과,^[30] 깊이분해능 등을 고려하여 최적의 값을 선택해야 한다. 또 여러 원소로 구성된 시료의 경우, 후방산란 스펙트럼상에서 각 원소에 해당하는 피크가 잘 분리되어 분석이 용이하도록 하기 위한 적절한 각도 설정이 중요하다.

- 하전입자 분광계통 : 하전입자 검출기로는 에너지분해능이 우수하고, 파고감쇠 효과^[9, 31-34]가 작은 검출기를 사용하여야 하며, 실험중 검출기의 표면 오염에 항상 유의하여야 한다. 계측계통은 안정성과 선형성이 보장되어야 하며, 정확한 에너지 검정이 수반되어야 한다. 계측시스템의 각 요소들의 운전 조건은 에너지분해능, 빔전류, 스펙트럼의 통계성 등을 고려하여 적절히 선택해야 한다.
- 빔 조사 시간 : 분석 결과에 대한 오차를 어느 한도 이하로 줄일 수 있는 빔 조사 시간을 확보해야 하며, 빔전류, 빔에너지, 시료를 구성하는 원소의 종류 등에 따라 적절히 선택해야 한다.
- 스펙트럼 분석방법의 체계화 : 두께, 분포폭 등 결정

하고자 하는 변수와 스펙트럼의 형태에 따라 적절한 분석방법을 사용해야 한다.

- 기초 자료 : 산란단면적, 저지단면적의 자료는 신뢰도 높은 평가를 거친 자료를 이용하여야 한다. 특히 산란단면적은 전자의 Screening 효과^[35, 36]가 고려된 것을 사용해야 하며, 저지단면적은 가능한 한 최근의 측정 자료를 포함하여 평가된 자료^[13, 14, 37-39]를 사용해야 한다.

분석결과에 대한 신뢰도는 위에서 언급한 바와 같은 분석시스템의 최적화와 분석방법의 체계화 뿐만 아니라 시료의 상태에 따라 크게 좌우됨을 알 수 있었다. 우선 시료의 두께에 있어서 이온빔이 도달할 수 있는 한계 이상의 두께를 가진 시료를 분석 의뢰하는 경우나, 시편의 크기가 빔의 크기에 비해 너무 작아서 빔의 조사 및 시료의 각도 결정이 극히 어려운 경우도 있었다. 또 시료의 표면 상태가 불량하거나 이물질에 의해 오염된 경우에는 분석결과에 대한 신뢰도가 크게 저하되었다. 따라서 RBS에 의한 표면분석 의뢰시에는 분석가능한 두께 및 시료 크기의 한계 등에 관한 사전 지식이 요구되며, 극히 신중한 시료준비가 선행되어야 분석결과에 대한 신뢰성을 보장할 수 있다.

결론적으로 주의깊은 시료준비와 RBS 분석시스템의 최적화를 통해 신뢰도 높은 소재의 표면적층 분석이 가능함을 확인하였다.

謝 辭

이 지면을 빌어, 지금까지 본 VDG 가속기 실험실의 연구 수행에 물심양면으로 지원해 주신 J.J. Schmidt 박사(Interregional Project 당시 IAEA Nuclear Data Section 부장), Bhabha연구소의 M.K. Mehta 교수(본 대학 방문시는 IAEA Nuclear Data Centre 소속), 한국자원연구소의 박궁식 박사, 김낙배 박사, 우형주 박사와 한국표준과학연구원의 이충희 박사, 이광필 박사, 서울대학교 반도체공동연구소의 이종덕 교수, 그리고 한국원자력연구소에 깊은 사의를 포함한다. 또한, 수시로 관련 자료를 제공해 주시고, 실험결과에 대한 토론을 함께 한 경북대학교의 최희동 교수, 포항가속기연구소의 박주식 박사, 한국자원연구소의 김영석 박사에게 감사드립니다. 끝으로, 특히 학생들의 학위논문을 위해 귀중한 조언을 주시고, 또한 본 실험실에 대

한 연구지원을 위해 진력해 주신 본 학과의 강창순 교수, 이은철 교수, 박군철 교수에게 감사드립니다.

참고문헌

1. H.I. Bak and J.G. Bak, *Journal of the Korean Nuclear Society*, **22**, 108 (1990).
2. J.S. Oh, Y.D. Bae and H.I. Bak, *Journal of the Korean Nuclear Society*, **22**, 101 (1990).
3. 박혜일, 정기형, 우형주, 배영덕, 박준교, 오종석, 최병호, 제10차 국내외한국과학기술자종합학술대회 논문집(물리과학분과), 한국과학기술단체총연합회, **22** (1987).
4. 박혜일 외 10명, '입자가속기에 의한 미량원소분석과 표면적층분석장치의 개발', 특정연구개발사업 보고서, 과학기술처, 1988. 12.
5. 박혜일 외 11명, 'RBS 방법에 의한 반도체 시료의 표면분석', 서울대학교 반도체공동연구소, ISRC 89-EM-R011, 1989. 7.
6. 박혜일 외 8명, '입자가속기를 이용한 소재 표면 조성 연구', 연학협동연구 1차년도 보고서, 한국표준과학연구원, 1991. 10.
7. H.I. Bak, M.S. Kim, C.S. Kim, J.G. Bak, Y.D. Bae, J.K. Shin, S.J. Ye and H.C. Jo, *Korean Applied Physics*, **4**, 430 (1991).
8. 박혜일 외 8명, '입자가속기를 이용한 소재 표면 조성 연구', 연학협동연구 2차년도 보고서, 한국표준과학연구원, 1992. 12.
9. H.I. Bak, C.S. Kim, J.G. Kwak, Y.D. Bae, K.P. Lee and C.H. Rhee, *Korean Applied Physics*, **4**, 429 (1992).
10. H.I. Bak, Y.D. Bae, M.S. Kim, S.J. Ye, C.S. Kim, K. P. Lee and C.H. Rhee, *Korean Applied Physics*, **6**, 378 (1993).
11. H.I. Bak, Y.D. Bae, C.H. Rhee and K.P. Lee, *Korean Applied Physics*, **6**, 389 (1993).
12. J.G. Kwak, J.G. Bak, M.S. Kim and H.I. Bak, *Korean Applied Physics*, **7**, 37 (1994).
13. H.I. Bak and Y.D. Bae, *New Physics*, **34**, 423 (1994).
14. H.I. Bak, Y.D. Bae, C.S. Kim and M.S. Kim, *Nucl.*

- Instr. and Meth.*, **B93**, 234 (1994).
15. W.K. Chu, J.W. Mayer and M.A. Nicolet, "Backscattering Spectrometry", Academic Press, New York, 16 (1978).
 16. *Ibid.*, 62.
 17. *Ibid.*, 82.
 18. *Ibid.*, 106.
 19. *Ibid.*, 94.
 20. *Ibid.*, 137.
 21. J.S. Williams, *Nucl. Instr. and Meth.*, **149**, 207 (1978).
 22. J.S. Williams and W. Möller, *Nucl. Instr. and Meth.*, **157**, 213 (1978).
 23. D.J. O'Connor and T. Chunyu, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B36**, 178 (1989).
 24. 박혜일 외 8명, '입자가속기를 이용한 소재 표면 조성 연구', 연학협동연구 3차년도 보고서, 한국표준과학연구원, 1994. 3.
 25. 박혜일 외 6명, '러더포드 후방산란 분석시스템의 최적화에 대한 연구', 원자력연구개발사업 1차년도 보고서, 한국원자력연구소, 1994. 6.
 26. W.K. Chu, J.W. Mayer and M.A. Nicolet, "Backscattering Spectrometry", Academic Press, New York, 198 (1978).
 27. P. Bauer, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B27**, 301 (1987).
 28. Q. Yang, D.J. O'Connor, Z. Fang, T.R. Ophel, H.J. Hay and T.E. Jackman, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B74**, 431 (1993).
 29. L.R. Doolittle, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B9**, 344 (1985).
 30. L.C. Feldman, J.W. Mayer and S.T. Picraux, "Materials Analysis by Ion Channeling", Academic Press, New York, (1982).
 31. N. Tsoulfanidis, "Measurement and Detection of Radiation", Hemisphere Publishing Corporation, 412 (1983).
 32. B.D. Wilkins, M.J. Fluss, S.B. Kaufman, C.E. Gross and E.P. Steinberg, *Nucl. Instr. and Meth.*, **92**, 381 (1971).
 33. W.N. Lennard, H. Geissel, K.B. Winterbon, D. Phillips, T.K. Alexander and J.S. Forster, *Nucl. Instr. and Meth.*, **A248**, 454 (1986).
 34. W.N. Lennard, S.Y. Tong, G.R. Massoumi and L. Wong, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B45**, 281 (1990).
 35. J. L'Ecuyer, J.A. Davies and N. Matsunami, *Nucl. Instr. and Meth.*, **160**, 337 (1979).
 36. J.R. MacDonald, J.A. Davies, T.E. Jackman and L.C. Feldman, *J. Appl. Phys.*, **54**, 1800 (1983).
 37. J.F. Ziegler, J.P. Biersack and U. Littmark, "The Stopping and Range of Ions in Solids, Vol. 1", Pergamon Press, 1985.
 38. H. Paul, D. Semrad and A. Seilinger, *Nucl. Instr. and Meth.*, **B61**, 261 (1991).
 39. International Commission on Radiation Units and Measurements, "Stopping Powers and Ranges for Protons and Alpha Particles, ICRU Report 49", 1993.