

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号

特開2022-131579

(P2022-131579A)

(43)公開日 令和4年9月7日(2022.9.7)

(51)国際特許分類		F I		テーマコード(参考)	
H 0 1 J	49/04 (2006.01)	H 0 1 J	49/04	1 8 0	2 G 0 4 1
G 0 1 N	27/62 (2021.01)	G 0 1 N	27/62	F	2 G 0 4 3
G 0 1 N	21/73 (2006.01)	G 0 1 N	21/73		2 G 0 5 2
H 0 1 J	49/00 (2006.01)	H 0 1 J	49/04		5 C 0 3 8
G 0 1 N	1/22 (2006.01)	H 0 1 J	49/00	3 1 0	
		審査請求	未請求	請求項の数	7 O L (全20頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2021-30586(P2021-30586)
 (22)出願日 令和3年2月26日(2021.2.26)

(71)出願人 318010018
 キオクシア株式会社
 東京都港区芝浦三丁目1番21号
 (74)代理人 100091487
 弁理士 中村 行孝
 (74)代理人 100120031
 弁理士 宮嶋 学
 (74)代理人 100107582
 弁理士 関根 毅
 (74)代理人 100118843
 弁理士 赤岡 明
 (72)発明者 呉 佳紅
 東京都港区芝浦三丁目1番21号 キオクシア株式会社内
 (72)発明者 滝本 未来

最終頁に続く

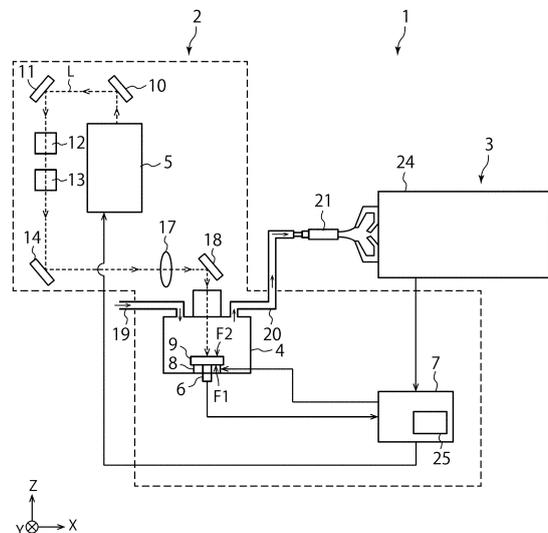
(54)【発明の名称】 分析装置および分析方法

(57)【要約】

【課題】レーザの焦点調整のばらつきを抑制し、かつ、焦点調整を自動化することができる分析装置および分析方法を提供する。

【解決手段】本実施形態による分析装置は、分析対象である分析試料および焦点を調整するために用いられる第1調整試料を搭載可能なステージを備える。レーザ生成部は、分析試料または第1調整試料に照射して該試料を気化するためのレーザ光を生成する。検出部は、レーザ光の照射によって気化された分析試料または第1調整試料の元素の信号強度を検出する。コントローラは、第1調整試料の信号強度に基づいて第1調整試料の表面位置に対するレーザ光の焦点位置を判断し、分析試料の表面にレーザ光の焦点位置を適合させるように制御する。

【選択図】図1



10

20

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

分析対象である分析試料および焦点を調整するために用いられる第 1 調整試料を搭載可能なステージと、

前記分析試料または前記第 1 調整試料に照射して該試料を気化するためのレーザ光を生成するレーザ生成部と、

前記レーザ光の照射によって気化された前記分析試料または前記第 1 調整試料の元素の信号強度を検出する検出部と、

前記第 1 調整試料の前記信号強度に基づいて前記第 1 調整試料の表面位置に対する前記レーザ光の焦点位置を判断し、前記分析試料の表面に前記レーザ光の焦点位置を適合させるように制御するコントローラとを備える分析装置。 10

【請求項 2】

前記第 1 調整試料の前記信号強度と該信号強度の最大値との第 1 比率が閾値以上、あるいは、前記第 1 調整試料の前記信号強度が閾値以上である場合、前記コントローラは、前記第 1 調整試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合していると判断する、請求項 1 に記載の分析装置。

【請求項 3】

前記ステージは、焦点を調整するために用いられ上面の高さが前記第 1 調整試料よりも低い第 2 調整試料を搭載し、

前記分析試料に前記レーザ光を所定回数照射した後に、前記コントローラは、前記第 2 調整試料の前記信号強度と該信号強度の最大値との第 2 比率が閾値以上、あるいは、前記第 2 調整試料の前記信号強度が閾値以上であるか否かに基づいて、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合しているか否かを判断する、請求項 2 に記載の分析装置。 20

【請求項 4】

前記第 2 比率が閾値以上、あるいは、前記第 2 調整試料の前記信号強度が閾値以上である場合、前記コントローラは、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合していると判断し、

前記第 2 比率が閾値未満、あるいは、前記第 2 調整試料の前記信号強度が閾値未満である場合、前記コントローラは、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合していないと判断する、請求項 3 に記載の分析装置。 30

【請求項 5】

前記ステージは、焦点を調整するために用いられ上面の高さが第 (k - 1) 調整試料 (k は 3 以上の整数) よりも低い第 k 調整試料を搭載し、

前記分析試料に前記レーザ光を所定回数照射した後に、前記コントローラは、前記第 k 調整試料の前記信号強度と該信号強度の最大値との第 k 比率が閾値以上、あるいは、前記第 k 調整試料の前記信号強度が閾値以上であるか否かに基づいて、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合しているか否かを判断する、請求項 2 に記載の分析装置。

【請求項 6】

前記第 k 比率が閾値以上、あるいは、前記第 k 調整試料の前記信号強度が閾値以上である場合、前記コントローラは、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合していると判断し、

前記第 k 比率が閾値未満、あるいは、前記第 k 調整試料の前記信号強度が閾値未満である場合、前記コントローラは、前記分析試料の表面位置と前記レーザ光の焦点位置とが適合していないと判断する、請求項 5 に記載の分析装置。

【請求項 7】

試料を搭載可能なステージと、前記試料にレーザ光を照射するレーザ生成部と、前記レーザ光の照射によって気化された前記試料の元素の信号強度を検出する検出部と、前記レーザ生成部を制御するコントローラとを備えた分析装置を用いた分析方法であって、 40

分析対象である分析試料および焦点を調整するために用いられる第 1 調整試料を前記ステージ上に搭載し、

前記第 1 調整試料にレーザ光を照射し、

前記レーザ光の照射によって気化された前記第 1 調整試料の元素の信号強度を検出し、

前記第 1 調整試料の前記信号強度に基づいて前記第 1 調整試料の表面位置に対する前記レーザ光の焦点位置を判断し、

前記分析試料の表面に前記レーザ光の焦点位置を適合させるように前記レーザ生成部を制御し、

前記分析試料にレーザ光を照射して前記分析試料の元素の信号強度を検出し、

前記分析試料の元素の信号強度に基づいて前記分析試料を分析することを具備する分析方法。 10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本実施形態は、分析装置および分析方法に関する。

【背景技術】

【0002】

LA-ICP-MS (Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer) 装置は、レーザアブレーション装置においてレーザ光の照射により試料を気化させ、この気化された試料を ICP-MS 装置に導入し、試料に含まれる金属元素の定量分析を行う。 20

【0003】

一方、メモリセルを三次元配置した立体型メモリセルアレイは、複数の異種材料を積層した積層構造を有する。このような積層構造には、高アスペクト比を有するメモリホールが形成される。メモリの性能を向上させるためには、メモリホールを介して金属元素を積層構造に成膜したりあるいは残留金属元素を除去したりする必要がある。このとき、積層構造に含有される金属元素の濃度管理が重要であり、定量分析するために LA-ICP-MS 装置が用いられる場合がある。

【0004】

このような積層構造の深さ方向における高精度な定量分析を実行するためには、アブレーションの深さ方向の制御が重要となる。アブレーションの深さは、レーザの焦点位置に強く依存するため、アブレーション前またはアブレーション中のレーザの焦点調整が重要となる。しかし、レーザの焦点調整の作業は、オペレータによる手作業によって行われており、測定ごとに焦点調整のばらつきがあった。この場合、積層構造の深さ方向の形状を正確に把握できず、積層構造に含有する金属元素の正確なプロファイルを得ることが困難であった。 30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開平 9 - 133617 号公報 40

【特許文献 2】特開平 11 - 201944 号公報

【特許文献 3】特開平 11 - 051094 号公報

【特許文献 4】特開 2004 - 347473 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

レーザの焦点調整のばらつきを抑制し、かつ、焦点調整を自動化することができる分析装置および分析方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0007】 50

本実施形態による分析装置は、分析対象である分析試料および焦点を調整するために用いられる第1調整試料を搭載可能なステージを備える。レーザ生成部は、分析試料または第1調整試料に照射して該試料を気化するためのレーザ光を生成する。検出部は、レーザ光の照射によって気化された分析試料または第1調整試料の元素の信号強度を検出する。コントローラは、第1調整試料の信号強度に基づいて第1調整試料の表面位置に対するレーザ光の焦点位置を判断し、分析試料の表面にレーザ光の焦点位置を適合させるように制御する。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本実施形態によるLA-ICP-MS装置の構成例を示す図。

10

【図2】試料部の構成例を示す断面図。

【図3A】レーザ生成部の出力とアブレーションレートとの関係を示すグラフ。

【図3B】1回目の走査の様子を示す概念図。

【図3C】2回目の走査の様子を示す概念図。

【図4】アブレーションレートとICP-MS測定によって得られる信号強度との関係を示すグラフ。

【図5】ICP-MS測定によって得られる信号強度とレーザ光の焦点位置との関係を示すグラフ。

【図6】本実施形態によるレーザアブレーションを示すフロー図。

【図7A】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

20

【図7B】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図7C】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図7D】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図7E】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図7F】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図8A】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図8B】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図8C】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図8D】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図8E】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

30

【図8F】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9A】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9B】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9C】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9D】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9E】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図9F】調整試料を用いたレーザ光の焦点位置の調整手法を示す概念図。

【図10A】調整試料の本体と金属薄膜の信号強度を示すグラフ。

【図10B】調整試料の本体と金属薄膜の信号強度を示すグラフ。

【発明を実施するための形態】

40

【0009】

以下、図面を参照して本発明に係る実施形態を説明する。本実施形態は、本発明を限定するものではない。図面は模式的または概念的なものであり、各部分の比率などは、必ずしも現実のものと同じとは限らない。明細書と図面において、既出の図面に関して前述したものと同様の要素には同一の符号を付して詳細な説明は適宜省略する。

【0010】

図1は、本実施形態によるLA-ICP-MS装置の構成例を示す図である。図2は、試料部9の構成例を示す断面図である。

【0011】

分析装置としてのLA-ICP-MS装置1は、LA(Laser Ablation)部2と、

50

ICP-MS (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer) 部 3 とを備えている。LA 部 2 は、試料部 9 にレーザー光 L を照射してレーザーアブレーションを行う。ICP-MS 部 3 は、LA 部 2 で気化された試料をプラズマでイオン化して試料に含まれる元素の定量分析を行う。尚、図 1 において、レーザー光 L は破線矢印で示し、データや制御信号の流れは実線矢印で示している。

【0012】

LA 部 2 は、試料室 4 と、レーザー生成部 5 と、膜厚測定装置 6 と、コントローラ 7 と、ミラー 10, 11, 14, 18 と、波長変換素子 12, 13 と、レンズ 17 とを備えている。試料室 4 内には分析対象の試料部 9 を搭載可能なステージ 8 が備えられている。

【0013】

試料部 9 は、図 2 に示すように、分析試料 9 a と、調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ と、支持部材 9 c とを備えている。分析試料 9 a は、質量分析の対象となる試料であり、例えば、シリコンを主成分とする。調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ は、レーザー光 L の焦点位置を調整するために用いられる試料である。調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ は、分析試料 9 a の主成分と同じ材料からなり、例えば、シリコン単結晶で構成されている。例えば、調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ は、所定の大きさに成形された本体 (例えば、シリコン単結晶) 9 1 と、その表面を被覆する金属薄膜 (例えば、ニッケル) 9 2 とを備えている。金属薄膜は、焦点位置 H f の調整に用いられるシリコン単結晶に比較して無視できるほど薄く、プラズマ温度等の ICP-MS 装置 1 のコンディションの異常を検出するために用いられる。金属薄膜には、例えば、ニッケル (Ni)、ナトリウム (Na)、鉄 (Fe)、タングステン (W) 等のイオン化ポテンシャルの低い金属材料が用いられる。

【0014】

調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ は、ほぼ同一の大きさを有し、互いに表面位置 (Z 方向の位置) が異なるように支持部材 9 c に搭載されている。支持部材 9 c は、数 ~ 数十平方センチメートルの平面領域における深さ加工精度が 0.1 μm 以下とすることが可能な材料 (例えば、金属材料) で構成されている。支持部材 9 c には、分析試料 9 a、調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ を搭載し固定する凹部が設けられている。例えば、分析試料 9 a および調整試料 9 b₁ は、支持部材 9 c の凹部に搭載されることによって、上面の高さがほぼ面一となる。調整試料 9 b₂ は、支持部材 9 c の凹部に搭載されることによって、調整試料 9 b₁ の上面よりも所定の深さ (厚み) の分だけ低くなっている。調整試料 9 b₃ は、支持部材 9 c の凹部に搭載されることによって、調整試料 9 b₂ の上面よりも所定の深さ (厚み) の分だけ低くなっている。所定の深さ (厚み) は、レーザー光 L の所定回数照射によってアブレートされる分析試料 9 a の深さ (厚み) にほぼ等しくなるように設定される。ステージ 8 は、支持部材 9 c を搭載し固定可能に構成されている。試料部 9 に設けられる調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ は、3 つに限定せず、2 つ以下または 4 つ以上であってもよい。尚、分析試料 9 a および調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ を用いたレーザー光 L の焦点調整手法は後で説明する。

【0015】

レーザー生成部としてのレーザー生成部 5 は、分析試料 9 a、調整試料 9 b₁ ~ 9 b₃ のいずれか (以下、試料 9 a 等ともいう) に照射して試料 9 a 等を気化するためのレーザー光を生成する。レーザー生成部 5 は、例えば、波長 1064 nm のレーザー光を生成する Nd-YAG レーザを光源として搭載してもよい。LA 部 2 において、レーザー生成部 5 から所定の波長 (例えば、波長 1064 nm) で生成されたレーザー光は、ミラー 10, 11 で反射され、波長変換素子 12 へ入射する。

【0016】

波長変換素子 12 は、レーザー光の波長を 532 nm (2 次高調波) に変換する。その後、波長変換素子 13 は、レーザー光の波長を 532 nm から 266 nm (3 次高調波) に変換する。レーザー光を短波長とすることにより、レーザー光のエネルギーを高め、より多くの物質に対してアブレーションを行うことが可能となる。

【0017】

10

20

30

40

50

このように、レーザ光の波長は、波長変換素子 1 2 で半減され、さらに波長変換素子 1 3 で半減された後、ミラー 1 4、レンズ 1 7、ミラー 1 8 を介して試料室 4 内の試料 9 a 等へ照射される。レーザ光は、試料 9 a 等に照射されて試料 9 a 等をアブレーション（即ち、気化）する。

【 0 0 1 8 】

試料室 4 には、導入管 1 9 および導出管 2 0 が配管接続されている。導入管 1 9 は、アルゴンガス等のキャリアガスを試料室 4 内に導入する。導出管 2 0 の一端は、試料室 4 に接続され、他端は I C P - M S 部 3 に接続されている。導出管 2 0 は、レーザ光によって気化された試料 9 a 等をキャリアガスとともに試料室 4 から導出し、I C P - M S 部 3 へ搬送する。即ち、レーザ光の照射によって気化された試料 9 a 等は、導入管 1 9 によって試料室 4 内へ導入されたキャリアガスとともに、導出管 2 0 を介して I C P - M S 部 3 へ搬送される。

10

【 0 0 1 9 】

検出部および演算部としての I C P - M S 部 3 は、プラズマトーチ 2 1 と、質量分析部 2 4 とを備え、試料 9 a 等に含まれる分析対象の材料（元素）の含有量を特定するために、試料室 4 からのガスを定量分析する。プラズマトーチ 2 1 は、導出管 2 0 からキャリアガスとともに導入された試料部 9 をプラズマでイオン化する。質量分析部 2 4 は、イオン化されたガスから試料 9 a 等の物質のイオンのみを取り出して、気化された試料 9 a 等の元素の信号強度（スペクトル）を検出するように構成されている。質量分析部 2 4 は、試料 9 a 等の物質のイオンを検出する検出部、並びに、イオンの検出結果に基づく定量分析を行う。また、質量分析部 2 4 は、定量分析によって得られた結果データに基づいて演算を実行する演算部 2 5 を含む。演算部 2 5 には、例えば、コンピュータ等を用いればよい。また、本実施形態において I C P - M S 部 3 が用いられているが、I C P - M S 部 3 に代えて、I C P - O E S（I C P - Optical Emission Spectrometer）を用いてもよい。この場合、I C P - O E S 部は、気化された試料 9 a 等から得られる光波長（スペクトル）に基づいて対象元素の含有量を特定する。対象元素は、例えば、シリコン、メタル等の元素である。

20

【 0 0 2 0 】

膜厚測定装置 6 は、レーザ光 L の照射位置における試料 9 a 等の厚みを測定する。膜厚測定装置 6 は、ステージ 8 に埋め込まれており、ステージ 8 に対向する試料 9 a 等の面に向かって設けられている。即ち、膜厚測定装置 6 は、試料 9 a 等の裏面から試料 9 a 等の膜厚を測定する。膜厚測定装置 6 は、例えば、超音波式測定器、分光干渉式測定器または電磁誘導式測定器のいずれでもよい。膜厚測定装置 6 は、試料 9 a 等の膜厚を非破壊で測定可能な装置であれば、特に限定しない。また、本実施形態において、膜厚測定装置 6 は、試料 9 a 等の裏面から膜厚を測定している。しかし、後述する変形例のように、膜厚測定装置 6 は、レーザ光 L と干渉しない限りにおいて、試料 9 a 等の表面から試料 9 a 等の膜厚を測定してもよい。

30

【 0 0 2 1 】

コントローラ 7 は、膜厚測定装置 6 からの試料 9 a 等の厚みの測定値または定量分析の結果に基づいて、レーザ生成部 5 からのレーザ光 L の照射条件を制御する。照射条件は、例えば、レーザ光 L の強度、照射時間、照射回数（パルス数）、照射面積、レーザ光 L の焦点位置等である。例えば、レーザ光 L による試料 9 a 等の気化速度（以下、アブレーションレートともいう）を略一定にする場合、コントローラ 7 は、試料 9 a 等の厚みの変化が略一定となるようにレーザ光 L の照射条件を制御する。例えば、アブレーションレートが低すぎる場合には、コントローラ 7 は、レーザ光 L の強度、照射時間、照射回数（パルス数）、照射面積を増大させる。アブレーションレートが高すぎる場合には、コントローラ 7 は、レーザ光 L の強度、照射時間、照射回数（パルス数）、照射面積を低下させる。

40

【 0 0 2 2 】

一方、アブレーションレートは、試料部 9 の気化される表面位置（高さ：Z 方向の位置）に対するレーザ光 L の焦点位置（高さ：Z 方向の位置）にも依存する。レーザ光 L の焦

50

点位置が試料 9 a 等の表面位置にほぼ一致している場合には、アブレーションレートは大きくなり、かつ、安定する。しかし、レーザ光 L の焦点位置が試料 9 a 等の表面位置から大きくずれている場合には、アブレーションレートは小さくなり、不安定になる。従って、コントローラ 7 は、アブレーションレートを安定化させるために、アブレーションを所定回数実行するごとに、アブレートされた試料 9 a 等の深さに基づいて、試料部 9 の表面に対するレーザ光 L の焦点位置を調整する。試料 9 a 等の表面に対するレーザ光 L の焦点位置を制御するために、コントローラ 7 は、レーザ生成部 5 を制御してレーザ光 L の焦点の Z 方向の位置（高さ）を制御してもよく、あるいは、ステージ 8 の Z 方向の位置（高さ）を制御してもよい。尚、Z 方向は、試料 9 a 等に対してレーザ光 L を照射する方向である。

10

【 0 0 2 3 】

コントローラ 7 は、例えば、パーソナルコンピュータで構成してもよく、あるいは、CPU 等の半導体チップで構成してもよい。コントローラ 7 は、LA 部 2 に含まれていてもよいが、LA 部 2 とは別体に設けられていてもよい。さらに、コントローラ 7 は、ICP - MS 部 3 に設けられていてもよい。

【 0 0 2 4 】

レーザ光 L により試料 9 a を走査するための焦点 F の調整を、オペレータによる手作業で行う場合、オペレータのスキルに応じて、レーザ光 L の焦点 F の位置がばらつくおそれがある。また、分析の過程で、試料 9 a の表面がアブレーションによって削られると、レーザ光 L の焦点 F の位置が、試料 9 a の表面からずれる場合がある。例えば、図 3 A は、レーザ生成部 5 の出力 W 5 とアブレーションレート R a b との関係を示すグラフである。縦軸は、アブレーションレート R a b を示し、横軸は、レーザ生成部 5 の出力 W 5 を示す。アブレーションレート R a b は、レーザ光 L を所定回数照射したときにアブレートされる材料（例えば、シリコン単結晶）の深さ（厚み）である。また、ライン L 1、L 2 は、それぞれレーザ光 L による 1 回目の走査と 2 回目の走査に対応している。LA - ICP - MS 装置 1 およびその他の条件は同じである。

20

【 0 0 2 5 】

ライン L 1、L 2 に示すように、同一の出力 W 5 に対して、アブレーションレート R a b は異なっている。このライン L 1、L 2 におけるアブレーションレート R a b の差は、1 回目の走査における試料 9 a の表面位置と 2 回目の走査における試料 9 a の表面位置が若干ずれるために生じる。例えば、図 3 B は、1 回目の走査の様子を示す概念図である。図 3 C は、2 回目の走査の様子を示す概念図である。図 3 B に示すように、1 回目の走査によって試料 9 a の表面をレーザ光 L で複数回照射する場合、それにより、試料 9 a の表面が削られる。その結果、図 3 C に示すように、2 回目の走査では、1 回目の走査と比べて、試料 9 a の表面とレーザ光 L の焦点 F との相対位置が異なっている。これにより、アブレーションレート R a b が相違してしまう。

30

【 0 0 2 6 】

図 4 は、アブレーションレート R a b と ICP - MS 測定によって得られる信号強度 I s との関係を示すグラフである。縦軸は、例えば、ICP - MS 測定で検出されたシリコンの信号強度 I s を示す。横軸は、シリコンのアブレーションレート R a b を示す。このグラフから、アブレーションレート R a b と信号強度 I s とは、相関関係にあり、ほぼ比例している。即ち、アブレーションレート R a b は、信号強度 I s を用いて判断可能であることが分かる。

40

【 0 0 2 7 】

図 5 は、ICP - MS 測定によって得られる信号強度 I s とレーザ光 L の焦点位置 H f との関係を示すグラフである。縦軸は、例えば、ICP - MS 測定で検出されたシリコンの信号強度 I s を示す。横軸は、試料 9 a 等のシリコンの表面位置に対するレーザ光 L の焦点の相対位置 H f を示す。以下、試料 9 a 等の表面位置に対するレーザ光 L の焦点の相対位置は、単に、焦点位置 H f とも呼ぶ。信号強度 I s（即ち、アブレーションレート R a b）は、焦点位置 H f に依存して変動し、或る焦点位置 H f の範囲においてピーク領域

50

P 1を有する。信号強度 I_s のピーク領域 P 1は、焦点位置 H_f が試料 9 a等の表面位置とほぼ一致（適合）した状態を示している。ピーク領域 P 1は、信号強度 I_s の最大値（ピーク点）を含む或る範囲の信号強度 I_s を示す。ここで、適合とは、レーザ光 Lの焦点位置 H_f と試料 9 a等の表面位置とが完全一致することだけでなく、試料 9 a等の表面位置が焦点位置 H_f の或る範囲に含まれることを意味する。

【0028】

信号強度 I_s のピーク領域 P 1から外れた領域において、信号強度 I_s は比較的大きな傾きで変動する。即ち、焦点位置 H_f のばらつきによって、信号強度 I_s の変動は比較的大きい。一方、信号強度 I_s の傾きは、ピーク領域 P 1の前後において変局しており、ピーク領域 P 1内において、信号強度 I_s は、それ以外の領域と比較して安定している。従って、ピーク領域 P 1内では、焦点位置 H_f のばらつきによって、信号強度 I_s の変動は比較的小さい。よって、信号強度 I_s がピーク領域 P 1内に入るように焦点位置 H_f を調整することによって、焦点位置 H_f のばらつきによる信号強度 I_s の変動を比較的小さく抑えることができる。

10

【0029】

このような信号強度 I_s と焦点位置 H_f との関係を利用して、本実施形態による ICP-M S装置 1は、以下のように焦点位置 H_f を分析試料 9 aに適合させレーザアブレーションを実行する。

【0030】

図 6は、本実施形態によるレーザアブレーションを示すフロー図である。以下、試料 9 a等の主成分がシリコンであり、調整試料 9 b __ 1の金属薄膜がニッケルであるとして説明を進める。

20

【0031】

まず、分析試料 9 aおよび調整試料 9 b __ 1 ~ 9 b __ 3を有する試料部 9をステージ 8上に設置する（S 10）。

【0032】

次に、レーザ光 Lの焦点位置 H_f を変更しながら、調整試料 9 b __ 1（ $k = 1$ ）のアブレーションおよび信号強度の測定を実行する（S 20）。図 7 A ~ 図 7 Fは、調整試料 9 b __ 1を用いたレーザ光 Lの焦点位置 H_f の調整手法を示す概念図である。図 7 A ~ 図 7 Fに示すように、レーザ光 Lの焦点 Fと調整試料 9 b __ 1の表面との Z方向における相対位置を変更しながら、調整試料 9 b __ 1のアブレーションを実行する。

30

【0033】

例えば、図 7 Aに示す焦点 Fの位置において、コントローラ 7は、レーザ光 Lを調整試料 9 b __ 1の表面で走査させる。これとともに、ICP-M S部 3が、調整試料 9 b __ 1からアブレートされた元素の信号強度を測定する。調整試料 9 b __ 1の金属薄膜（例えば、ニッケル）は、上述の通り、非常に薄い。従って、装置 1のコンディションが正常であれば、焦点 Fの位置が調整試料 9 b __ 1の表面位置から或る程度ずれていても短時間でアブレートされる。一方、金属薄膜の下を試料材料（例えば、シリコン）は、焦点 Fが調整試料 9 b __ 1の表面位置からずれると、信号強度（アブレーションレート）に影響する。図 7 Aに示すように、焦点 Fが調整試料 9 b __ 1の表面位置 H_{9b_1} から大きくずれている場合、調整試料 9 b __ 1のシリコンの信号強度は非常に低くなる。図 5の信号強度 I_s のピーク領域 P 1の最大値に対するニッケルおよびシリコンの信号強度の比率（以下、信号強度比率ともいう）は、それぞれ約 1および約 0となる。即ち、この場合、ニッケルのアブレーションレートは最大値にほぼ等しい一方、シリコンのアブレーションレートはほぼ 0である。

40

【0034】

次に、ステージ 8の高さ（Z方向の位置）を変更し、調整試料 9 b __ 1の表面位置 H_{9b_1} に対するレーザ光 Lの焦点の相対位置を変更する。図 7 Bに示す焦点 Fの位置において、コントローラ 7は、レーザ光 Lを調整試料 9 b __ 1の表面で走査させる。このとき、コントローラ 7は、レーザ光 Lを図 7 Aの走査位置から Xまたは Y方向にずらし、まだ

50

レーザ光 L を走査させていない調整試料 9 b __ 1 の表面領域を走査させる。これにより、装置 1 は、焦点 F の相対位置を変更しつつ図 7 A のときと同じコンディションのもと、調整試料 9 b __ 1 のニッケルおよびシリコンを再度アブレートする。図 7 B に示すように、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に近づいているものの、依然としてずれている。この場合、調整試料 9 b __ 1 のシリコンの信号強度は或る程度大きくなるものの、依然として低い。ニッケルおよびシリコンの信号強度比率は、それぞれ約 1 および約 0 . 4 となる。

【 0 0 3 5 】

次に、ステージ 8 の高さ (Z 方向の位置) を変更し、調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に対するレーザ光 L の焦点の相対位置をさらに変更する。図 7 C に示す焦点 F の位置において、コントローラ 7 は、レーザ光 L を調整試料 9 b __ 1 の表面で走査させる。このとき、コントローラ 7 は、レーザ光 L を図 7 A および図 7 B の走査位置から X または Y 方向にずらし、まだレーザ光 L を走査させていない調整試料 9 b __ 1 の表面領域を走査させる。これにより、装置 1 は、焦点 F の相対位置を変更しつつ図 7 A および図 7 B のときと同じコンディションのもと、調整試料 9 b __ 1 のニッケルおよびシリコンを再度アブレートする。図 7 C に示すように、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に入ると、調整試料 9 b __ 1 のシリコンの信号強度は大きくなる。ニッケルおよびシリコンの信号強度比率は、それぞれ約 1 および約 0 . 8 となる。

【 0 0 3 6 】

次に、ステージ 8 の高さ (Z 方向の位置) を変更し、調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に対するレーザ光 L の焦点の相対位置をさらに変更する。図 7 D に示す焦点 F の位置において、コントローラ 7 は、レーザ光 L を調整試料 9 b __ 1 の表面で走査させる。このとき、コントローラ 7 は、レーザ光 L を図 7 A ~ 図 7 C の走査位置から X または Y 方向にずらし、まだレーザ光 L を走査させていない調整試料 9 b __ 1 の表面領域を走査させる。これにより、装置 1 は、焦点 F の相対位置を変更しつつ図 7 A ~ 図 7 C のときと同じコンディションのもと、調整試料 9 b __ 1 のニッケルおよびシリコンを再度アブレートする。図 7 D に示すように、焦点 F の中心が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 にほぼ一致すると、調整試料 9 b __ 1 のシリコンの信号強度は、ほぼ最大値になる。ニッケルおよびシリコンの信号強度比率は、それぞれ約 1 および約 1 となる。即ち、この場合、ニッケルおよびシリコンのアブレーションレートはともにほぼ最大値となる。

【 0 0 3 7 】

次に、ステージ 8 の高さ (Z 方向の位置) を変更し、調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に対するレーザ光 L の焦点の相対位置をさらに変更する。図 7 E に示す焦点 F の位置において、コントローラ 7 は、レーザ光 L を調整試料 9 b __ 1 の表面で走査させる。このとき、コントローラ 7 は、レーザ光 L を図 7 A ~ 図 7 D の走査位置から X または Y 方向にずらし、まだレーザ光 L を走査させていない調整試料 9 b __ 1 の表面領域を走査させる。これにより、装置 1 は、焦点 F の相対位置を変更しつつ図 7 A ~ 図 7 D のときと同じコンディションのもと、調整試料 9 b __ 1 のニッケルおよびシリコンを再度アブレートする。図 7 E に示すように、調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 は焦点 F の範囲にまだ入っているものの、焦点 F の中心が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 からずれていくと、調整試料 9 b __ 1 のシリコンの信号強度は最大値からまた低下していく。ニッケルおよびシリコンの信号強度比率は、それぞれ約 1 および約 0 . 8 となる。

【 0 0 3 8 】

次に、ステージ 8 の高さ (Z 方向の位置) を変更し、調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に対するレーザ光 L の焦点の相対位置をさらに変更する。図 7 F に示す焦点 F の位置において、コントローラ 7 は、レーザ光 L を調整試料 9 b __ 1 の表面で走査させる。このとき、コントローラ 7 は、レーザ光 L を図 7 A ~ 図 7 E の走査位置から X または Y 方向にずらし、まだレーザ光 L を走査させていない調整試料 9 b __ 1 の表面領域を走査させる。これにより、装置 1 は、焦点 F の相対位置を変更しつつ図 7 A ~ 図 7 E のときと同じコンディションのもと、調整試料 9 b __ 1 のニッケルおよびシリコンを再度アブレートする

。図 7 F に示すように、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 から大きくずれると、調整試料 9 b __ 1 のシリコンの信号強度はさらに低下する。ニッケルおよびシリコンの信号強度比率は、それぞれ約 1 および約 0 . 6 となる。

【 0 0 3 9 】

ここで、シリコンの信号強度比率の閾値を 0 . 8 とする。即ち、シリコンの信号強度の閾値を信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ とする。この場合、シリコンの信号強度比率が 0 . 8 以上であるときに、演算部 2 5 は、調整試料 9 b __ 1 の表面 H 9 b __ 1 がピーク領域 P 1 に入っており、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に適合している（ほぼ一致している）と判断する。換言すると、シリコンの信号強度が信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ 以上であるときに、演算部 2 5 は、調整試料 9 b __ 1 の表面 H 9 b __ 1 がピーク領域 P 1 に入っており、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に適合している（ほぼ一致している）と判断する。調整試料 9 b __ 1 の表面 H 9 b __ 1 がピーク領域 P 1 に入っているとき、図 5 において、焦点位置 H f は、ピーク領域 P 1 の範囲内にある。例えば、図 7 C、図 7 D および図 7 E の状態のときに、演算部 2 5 は、焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に適合していると判断し、図 7 A および図 7 F の状態のときに、焦点 F は調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 に適合していないと判断する。これにより、信号強度 I s が閾値以上である焦点位置 H f の範囲が判明する。

10

【 0 0 4 0 】

次に、コントローラ 7 は、分析試料 9 a の表面が焦点位置 H f の範囲に入るように、ステージ 8 の Z 方向の高さを調節する（S 3 0）。即ち、コントローラ 7 は、焦点位置 H f が図 5 のピーク領域 P 1 内に入るように、ステージ 8 の Z 方向の高さを調節する。このとき、分析試料 9 a の表面が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 とほぼ同じ高さ位置である場合、コントローラ 7 は、ステージ 8 の高さを変更することなく、X - Y 面内でレーザ生成部 5 を分析試料 9 a へ平行移動させて、そのままの高さで分析試料 9 a のアブレーションを実行してよい。分析試料 9 a の表面が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 から所定値だけ異なる高さ位置にある場合、コントローラ 7 は、X - Y 面内でレーザ生成部 5 を分析試料 9 a へ平行移動させ、ステージ 8 の高さを所定値だけ自動で変更して調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 1 を焦点 F に適合させる。その後、装置 1 は、分析試料 9 a のアブレーションを実行する。これにより、装置 1 は、レーザ光 L の焦点位置 H f を分析試料 9 a の表面に自動で適合させた（ほぼ一致させた）状態で分析試料 9 a をアブレートすることができる。装置 1 は、分析試料 9 a をアブレートし、分析試料 9 a に含まれる元素の信号強度を測定する。そして、ICP - MS 部 3 が分析試料 9 a の元素の信号強度に基づいて分析試料 9 a を分析する。

20

30

【 0 0 4 1 】

次に、装置 1 は、分析試料 9 a のアブレーションおよび信号強度の測定を所定回数繰り返す（S 4 0）。アブレーションを繰り返すと、分析試料 9 a の表面が削られ、分析試料 9 a の表面の高さが少しずつ低くなる。このとき、アブレーションレート（例えば、レーザ光 L の 1 回の走査でアブレートされる分析試料 9 a の厚み）は、図 4 に示すように、ピーク領域 P 1 の信号強度 I s に対応する R 1 となる。アブレーションレート R 1 は、ピーク領域 P 1 の信号強度 I s に対応するので、比較的安定している。従って、焦点位置 H f は変更しないが、アブレーションは、レーザ光 L の焦点 F が分析試料 9 a の表面に適合した状態で実行され得る。また、アブレートされる分析試料 9 a の深さは、アブレーションの回数に依存し、予測可能である。

40

【 0 0 4 2 】

しかし、アブレーションの回数を所定回数よりもさらに増大させると、分析試料 9 a の表面位置がさらに深くなり（Z 方向にさらに低下し）、レーザ光 L の焦点 F の位置が分析試料 9 a の表面から次第にずれてくる。この場合、上述の通り、アブレーションレートが変化しやすくなり、不安定となる。

【 0 0 4 3 】

そこで、本実施形態では、アブレーションを所定回数繰り返した後、次の調整試料 9 b

50

__ 2 ($k = 2$) を用いて、レーザ光 L の焦点 F の位置が分析試料 9 a の表面に適合しているか否かを判断する (S 5 0 の Y E S 、 S 6 0) 。より詳細には、ステージ 8 の高さおよびレーザ光 L の焦点 F の高さを変更することなく、レーザ光 L で調整試料 9 b __ 2 をアブレートし、シリコンの信号強度を測定する。このとき、ステップ S 2 0 と同様に、演算部 2 5 は、シリコンの信号強度比率を演算する。尚、アブレーションを所定回数実行してアブレートされる分析試料 9 a の厚み (深さ) は、上述の通り予測可能である。従って、調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 は、アブレーションを所定回数繰り返した後の分析試料 9 a の表面位置にほぼ一致させるように配置される。即ち、第 1 調整試料 9 b __ 1 (即ち、分析試料 9 a) と第 2 調整試料 9 b __ 2 との表面の高さの差は、レーザ光 L を分析試料 9 a に所定回数照射したときに気化される分析試料 9 a の厚み (H 9 b __ 1 と H 9 b __ 2 との差) にほぼ等しい。 10

【 0 0 4 4 】

調整試料 9 b __ 2 をアブレートした結果、シリコンの信号強度比率が閾値 (例えば、 0 . 8) 以上である場合、即ち、シリコンの信号強度が信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ 以上である場合、演算部 2 5 は、レーザ光 L の焦点 F が調整試料 9 b __ 2 、即ち、分析試料 9 a の表面位置に依然として適合していると判断する (S 5 0 の Y E S) 。この場合、ステージ 8 に対するレーザ光 L の焦点 F の高さ位置は変更せずに、装置 1 は、分析試料 9 a のアブレーションおよび信号強度の測定を継続する (S 4 0) 。

【 0 0 4 5 】

シリコンの信号強度比率が閾値 (例えば、 0 . 8) より小さい場合、即ち、シリコンの信号強度が信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ 未満である場合、演算部 2 5 は、レーザ光 L の焦点 F が調整試料 9 b __ 1 の表面位置 H 9 b __ 2 、即ち、分析試料 9 a の表面位置に適合していないと判断する (S 5 0 の Y E S 、 S 6 0 の N O) 。この場合、装置 1 は、調整試料 9 b __ 2 ($k = 2$) を用いて、レーザ光 L の焦点 F と調整試料 9 b __ 2 の表面との Z 方向における相対位置を変更しながら、アブレーションおよび信号強度の測定を実行する (S 2 0) 。 20

【 0 0 4 6 】

図 8 A ~ 図 8 F は、調整試料 9 b __ 2 を用いたレーザ光 L の焦点位置 F の調整手法を示す概念図である。調整試料 9 b __ 2 を用いたアブレーションおよび信号強度の測定は、ステップ S 2 0 と調整試料が異なるだけで、その手法は同様である。従って、ここでは、調整試料 9 b __ 2 を用いたアブレーションおよび信号強度の測定の詳細な説明を省略する。 30

【 0 0 4 7 】

例えば、シリコンの信号強度比率の閾値を 0 . 8 とする。この場合、シリコンの信号強度比率が 0 . 8 以上であるときに、演算部 2 5 は、調整試料 9 b __ 2 の表面 H 9 b __ 2 がピーク領域 P 1 に入っており、焦点 F が調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 に適合していると判断する。換言すると、シリコンの信号強度が信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ 以上であるときに、演算部 2 5 は、焦点 F が調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 に適合していると判断する。例えば、図 8 C 、図 8 D および図 8 E の状態のときに、演算部 2 5 は、焦点 F が調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 に適合していると判断し、図 8 A および図 8 F の状態のときに、焦点 F は調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 に適合していないと判断する。これにより、信号強度 I_s が閾値以上である焦点位置 H_f の範囲が判明する。なお、閾値は 0 . 8 に限られず、例えば 0 . 7 や 0 . 9 であってもよい。また、演算部 2 5 は、例えば、シリコンの信号強度比率が閾値を超えた後、再び閾値未満になったときに、焦点 F が調整試料 9 b __ 2 の表面位置 H 9 b __ 2 に適合していると判断してもよい。 40

【 0 0 4 8 】

次に、コントローラ 7 は、ステップ S 3 0 ~ S 5 0 を再度実行する。このとき、ステップ S 3 0 において、分析試料 9 a の表面が焦点位置 H_f に入るようにステージ 8 の高さを調節し、ステップ S 4 0 において、アブレーションを所定回数繰り返す。その後、ステップ S 5 0 において、調整試料 9 b __ 3 ($k = 3$) を用いて、レーザ光 L の焦点 F の位置が 50

分析試料 9 a の表面位置に適合しているか否かを判断する (S 6 0) 。ステップ S 6 0 において、レーザ光 L の焦点 F が分析試料 9 a の表面位置に適合していると判断されると (S 5 0 の Y E S 、 S 6 0 の Y E S) 、ステージ 8 に対するレーザ光 L の焦点 F の高さ位置は変更せずに、装置 1 は、分析試料 9 a のアブレーションおよび信号強度の測定を継続する。

【 0 0 4 9 】

ステップ S 5 0 において、レーザ光 L の焦点 F が分析試料 9 a の表面位置に適合していないと判断されると (S 5 0 の Y E S 、 S 6 0 の N O) 、装置 1 は、調整試料 9 b _ 3 (k = 3) を用いて、レーザ光 L の焦点 F と調整試料 9 b _ 3 の表面との Z 方向における相対位置を変更しながら、アブレーションおよび信号強度の測定を実行する (S 2 0) 。

10

【 0 0 5 0 】

図 9 A ~ 図 9 F は、調整試料 9 b _ 3 を用いたレーザ光 L の焦点位置 H f の調整手法を示す概念図である。調整試料 9 b _ 3 を用いたアブレーションおよび信号強度の測定は、ステップ S 2 0 と調整試料が異なるだけで、その手法は同様である。従って、ここでは、調整試料 9 b _ 3 を用いたアブレーションおよび信号強度の測定の詳細な説明を省略する。

【 0 0 5 1 】

例えば、シリコンの信号強度比率の閾値を 0 . 8 とする。この場合、シリコンの信号強度比率が 0 . 8 以上であるときに、演算部 2 5 は、調整試料 9 b _ 3 の表面 H 9 b _ 3 がピーク領域 P 1 に入っており、焦点 F が調整試料 9 b _ 3 の表面位置 H 9 b _ 3 に適合している (ほぼ一致している) と判断する。換言すると、シリコンの信号強度が信号強度の最大値 $\times 0 . 8$ 以上であるときに、演算部 2 5 は、焦点 F が調整試料 9 b _ 3 の表面位置 H 9 b _ 3 に適合していると判断する。この場合、例えば、図 9 C 、図 9 D および図 9 E の状態のときに、演算部 2 5 は、焦点 F が調整試料 9 b _ 3 の表面位置 H 9 b _ 3 に適合していると判断し、図 9 A および図 9 F の状態のときに、焦点 F は調整試料 9 b _ 3 の表面位置 H 9 b _ 3 に適合していないと判断する。これにより、信号強度 I s が閾値以上である焦点位置 H f の範囲が判明する。

20

【 0 0 5 2 】

次に、コントローラ 7 は、ステップ S 3 0 ~ S 5 0 を再度実行する。このとき、ステップ S 3 0 において、分析試料 9 a の表面が焦点位置 H f に入るようにステージ 8 の高さを調節し、ステップ S 4 0 において、アブレーションを所定回数繰り返す。

30

【 0 0 5 3 】

本実施形態では、調整試料 9 b _ 4 以降の調整資料が設けられていないので、ステップ S 5 0 において N O となり、処理は終了する。

【 0 0 5 4 】

尚、試料部 9 に搭載される調整試料の個数は任意でよい。装置 1 は、調整試料 9 b _ k を用いて焦点 F の位置を調整した後、分析試料 9 a のアブレーションを所定回数実行するごとに、k をインクリメントして調整試料 9 b _ k を用いて焦点 F が分析試料 9 a の表面位置に適合しているか否かを判断する。

【 0 0 5 5 】

調整試料 9 b _ k が無くなった場合 (S 5 0 の N O) には、アブレーションおよび信号強度の測定を終了する。

40

【 0 0 5 6 】

一般化すると、試料部 9 は、上面の高さが第 (k - 1) 調整試料 (k は 2 以上の整数) よりも低い第 k 調整試料を搭載する。第 (k - 1) 調整試料を用いてレーザ光 L の焦点位置 H f を調整した後、分析試料 9 a にレーザ光 L を所定回数照射する。その後、コントローラ 7 は、第 k 調整試料の信号強度と該信号強度の最大値との比率が閾値 (例えば、0 . 8) 以上、あるいは、第 k 調整試料の信号強度が閾値 (例えば、信号強度の最大値 $\times 0 . 8$) 以上であるか否かに基づいて、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置とが適合しているか否かを判断する。

50

【 0 0 5 7 】

尚、第 (k - 1) 調整試料 9 b __ (k - 1) と第 k 調整試料 9 b __ k との表面の高さの差は、第 (k - 1) 調整試料 9 b __ (k - 1) の表面にレーザ光 L の焦点位置を適合させた後に、レーザ光 L を分析試料 9 a に所定回数照射したときに気化される該分析試料 9 a の厚み (H 9 b __ (k - 1) と H 9 b __ k との差) にほぼ等しく設定される。

【 0 0 5 8 】

第 k 調整試料の信号強度と該信号強度の最大値との比率が閾値以上、あるいは、第 k 調整試料の信号強度が閾値以上である場合、コントローラ 7 は、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置とが適合していると判断し、そのまま分析試料 9 a のアブレーションを継続する。一方、該比率が閾値未満、あるいは、第 k 調整試料の信号強度が閾値未満である場合、コントローラ 7 は、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置とが適合していないと判断する。この場合、第 k 調整試料を用いて、ステップ S 2 0 以降を再度実行する。これにより、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置とが再調整されて、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置とを適合した状態で分析試料 9 a のアブレーションを実行することができる。

10

【 0 0 5 9 】

以上のように本実施形態による I C P - M S 装置 1 は、分析試料 9 a だけでなく、調整試料 9 b __ 1 ~ 9 b __ 3 をステージ 8 上に搭載し、調整試料 9 b __ 1 の信号強度に基づいてレーザ光 L の焦点位置 H f を判断する。調整試料 9 b __ 1 の Z 方向の表面位置は、分析試料 9 a のそれと同じかあるいは所定値の差とする。これにより、I C P - M S 装置 1 は、分析試料 9 a の表面にレーザ光 L の焦点位置を正確にかつ自動で適合させて、分析試料 9 a のアブレーションおよび信号強度の測定を実行することができる。つまり、装置 1 は、信号強度の最大値 (ピーク領域 P 1) を用いて分析試料 9 a をアブレートすることができる。その結果、分析試料 9 a の表面に対するレーザ光 L の焦点位置 H f のばらつきが抑制され得る。

20

【 0 0 6 0 】

また、本実施形態によれば、レーザ光 L を分析試料 9 a に所定回数照射するごとに、コントローラ 7 は、調整試料 9 b __ 2 等を用いて、分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置 H f とが適合しているか否かを判断する。分析試料 9 a の表面位置とレーザ光 L の焦点位置 H f とが適合していない場合には、コントローラ 7 は、調整試料 9 b __ 2 の信号強度を用いてレーザ光 L の焦点位置 H f を再度判断し、分析試料 9 a の表面に焦点位置 H f を適合させる。これにより、分析試料 9 a の表面位置がアブレーションによって Z 方向に低下しても、分析試料 9 a の表面にレーザ光 L の焦点位置を周期的に適合させることができる。従って、分析試料 9 a の表面位置が Z 方向に変化しても、分析試料 9 a のアブレーションレートを安定化することができる。

30

【 0 0 6 1 】

次に、装置 1 のコンディションとレーザ光 L の焦点位置 H f との相違について説明する。

【 0 0 6 2 】

図 1 0 A および図 1 0 B は、調整試料 9 b __ k の本体 9 1 と金属薄膜 9 2 の信号強度を示すグラフである。縦軸は、信号強度を示し、横軸は、レーザ光 L の焦点位置 H f を調整してからのアブレーション回数 t を示している。アブレーション回数 t は、アブレーション時間、あるいは、レーザ光 L の焦点位置 H f の判断回数であってもよい。

40

【 0 0 6 3 】

図 1 0 A では、本体 9 1 としてのシリコンの信号強度 I s がアブレーション回数によって低下している。一方、金属薄膜 9 2 としてのニッケルの信号強度 I s がアブレーション回数によって変化していない。

【 0 0 6 4 】

これは、アブレーションによって本体 9 1 が削られ、レーザ光 L の焦点位置 H f が本体 9 1 の表面位置から次第にずれていることを意味する。即ち、レーザ光 L の焦点位置 H f

50

が本体 9 1 の表面位置からずれ、本体 9 1 の信号強度（アブレーションレート）が低下している。一方、金属薄膜（例えば、ニッケル）9 2 は、上述の通り、非常に薄くかつアブレートされやすい。従って、レーザ光 L の焦点位置 H f が金属薄膜 9 2 の表面位置から或る程度ずれていてもすぐにアブレートされ、ほぼ等しい信号強度（アブレーションレート）が得られる。

【 0 0 6 5 】

このように、本体 9 1 の信号強度が変化し、金属薄膜 9 2 の信号強度が変化しない場合、レーザ光 L の焦点位置 H f が本体 9 1 の表面位置から次第にずれていると判断できる。

【 0 0 6 6 】

これに対し、図 1 0 B では、本体 9 1 としてのシリコンおよび金属薄膜 9 2 としてのニッケルの信号強度 I_s がともにアブレーション回数によって低下している。これは、レーザ光 L の焦点位置 H f が本体 9 1 の表面位置からずれているだけでなく、レーザ光 L の焦点位置 H f 以外の装置 1 のコンディションが変化していることを示す。例えば、試料室 4 内のキャリアガス流量の変化、ICP - MS 部 3 のプラズマ温度変化、レンズ系の汚れ、または、検出器劣化等が考えられる。このように、レーザ光 L の焦点位置 H f のずれと、焦点位置 H f 以外の装置 1 のコンディションの変化とを区別することができる。

勿論、レーザ光 L の焦点位置 H f がニッケルをアブレートできないほどずれた場合には、ニッケルのアブレーションレートも維持できず低下する。しかし、レーザ光 L の焦点位置 H f の調整後、分析試料 9 a のアブレーションによって、焦点位置 H f がニッケルをアブレートできないほど分析試料 9 a が削られることは稀と考えられる。

【 0 0 6 7 】

このように、調整試料 9 b __ k が本体 9 1 の表面に金属薄膜 9 2 を有することによって、ICP - MS 装置 1 が正常に動作しているか否かの判断も行うことができる。

【 0 0 6 8 】

本実施形態による分析方法の少なくとも一部は、ハードウェアで構成してもよいし、ソフトウェアで構成してもよい。ソフトウェアで構成する場合には、分析方法の少なくとも一部の機能を実現するプログラムをフレキシブルディスクや CD - ROM 等の記録媒体に収納し、コンピュータに読み込ませて実行させてもよい。記録媒体は、磁気ディスクや光ディスク等の着脱可能なものに限定されず、ハードディスク装置やメモリなどの固定型の記録媒体でもよい。また、分析方法の少なくとも一部の機能を実現するプログラムを、インターネット等の通信回線（無線通信も含む）を介して頒布してもよい。さらに、同プログラムを暗号化したり、変調をかけたり、圧縮した状態で、インターネット等の有線回線や無線回線を介して、あるいは記録媒体に収納して頒布してもよい。

【 0 0 6 9 】

本発明のいくつかの実施形態を説明したが、これらの実施形態は、例として提示したものであり、発明の範囲を限定することは意図していない。これら実施形態は、その他の様々な形態で実施されることが可能であり、発明の要旨を逸脱しない範囲で、種々の省略、置き換え、変更を行うことができる。これら実施形態やその変形は、発明の範囲や要旨に含まれると同様に、特許請求の範囲に記載された発明とその均等の範囲に含まれるものである。

【 符号の説明 】

【 0 0 7 0 】

1 LA - ICP - MS 装置、2 LA 部、3 ICP - MS、4 試料室、5 レーザ生成部、6 膜厚測定装置、7 コントローラ、8 ステージ、9 試料部、10, 11, 14, 18 ミラー、12, 13 波長変換素子、17 レンズ、19 導入管、20 導出管、25 演算部、9 a 分析試料、9 b __ 1 ~ 9 b __ 3 調整試料、

10

20

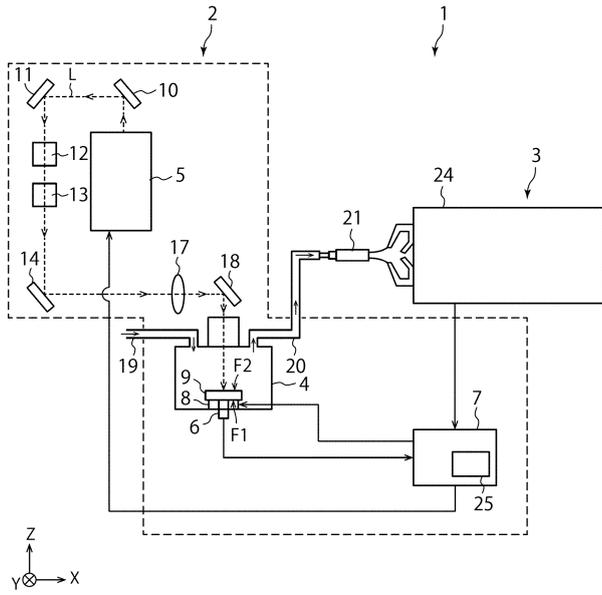
30

40

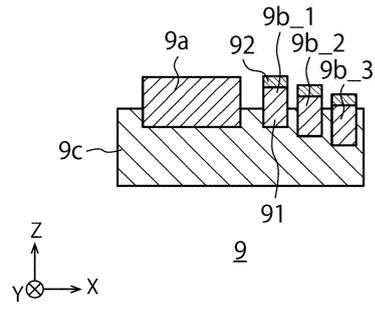
50

【図面】

【図 1】



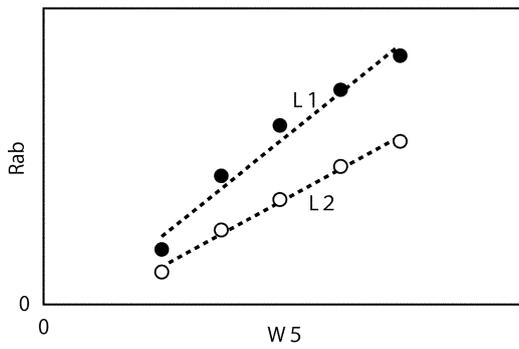
【図 2】



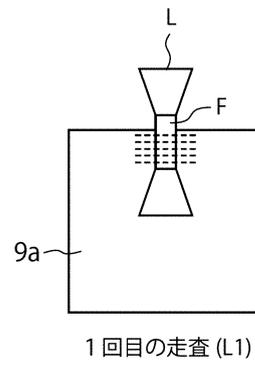
10

20

【図 3 A】



【図 3 B】

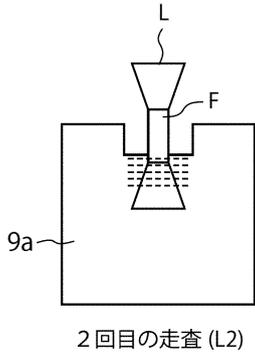


30

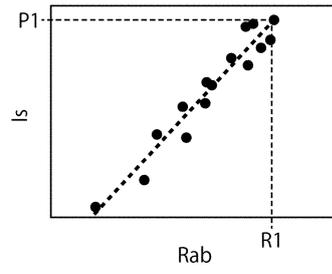
40

50

【 図 3 C 】

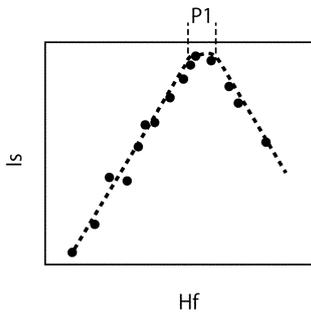


【 図 4 】

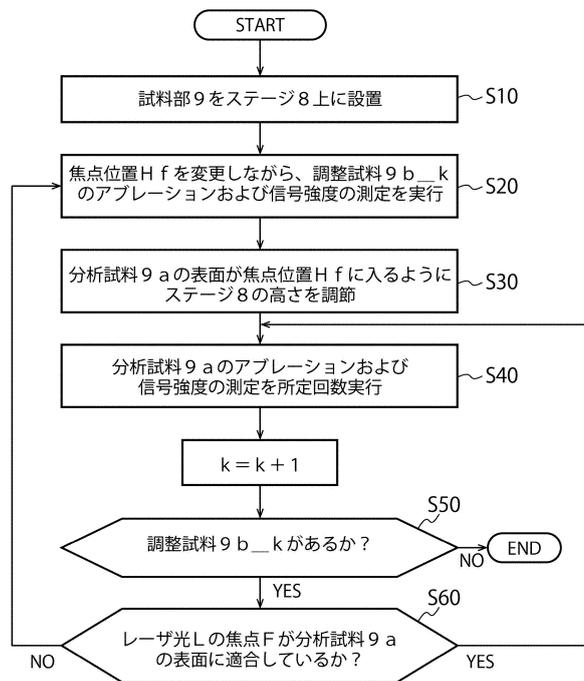


10

【 図 5 】



【 図 6 】



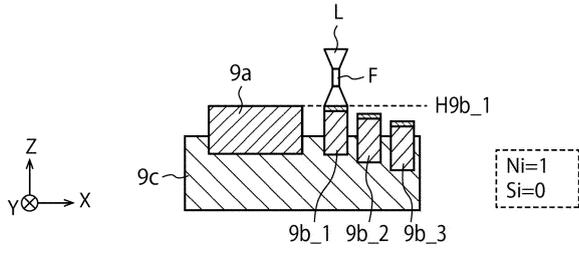
20

30

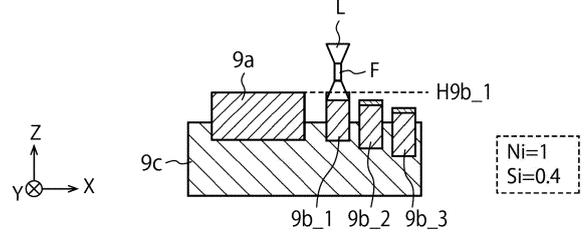
40

50

【 図 7 A 】

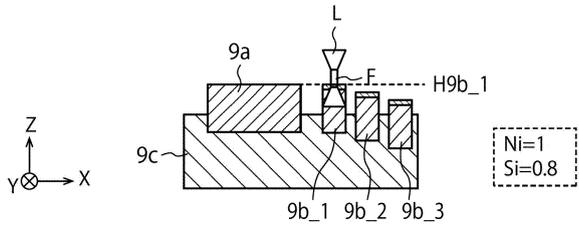


【 図 7 B 】

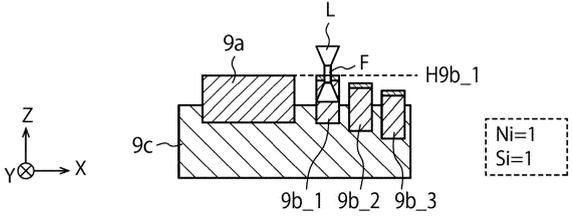


10

【 図 7 C 】

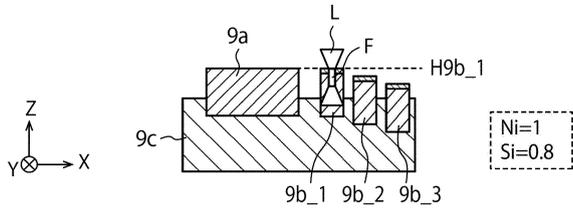


【 図 7 D 】

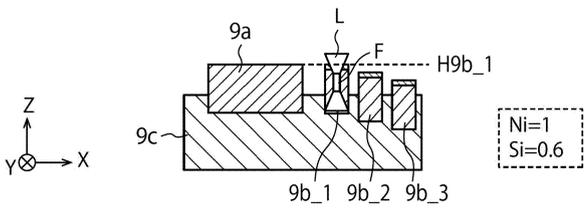


20

【 図 7 E 】



【 図 7 F 】

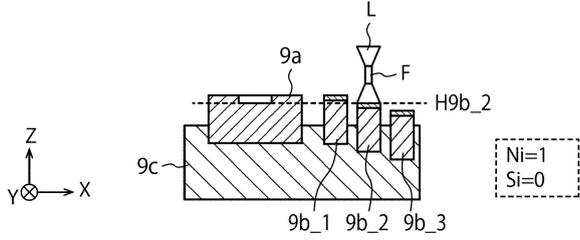


30

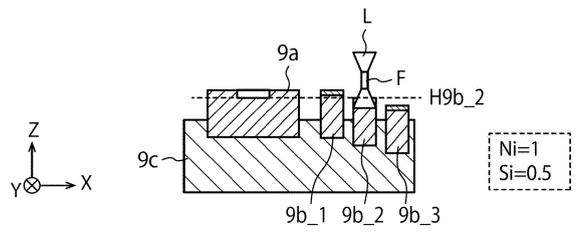
40

50

【 8 A 】

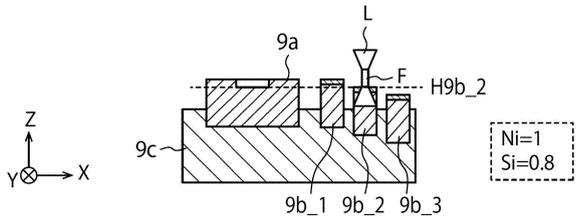


【 8 B 】

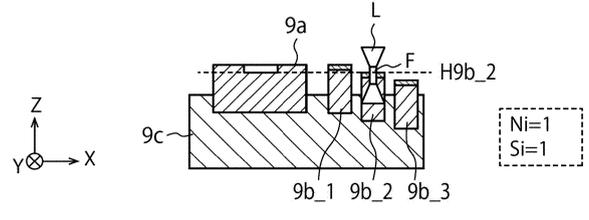


10

【 8 C 】

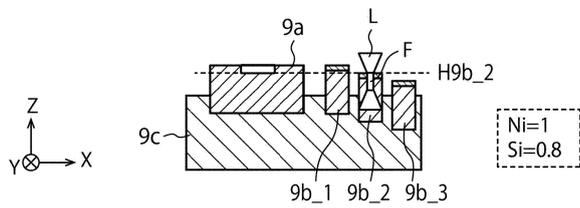


【 8 D 】

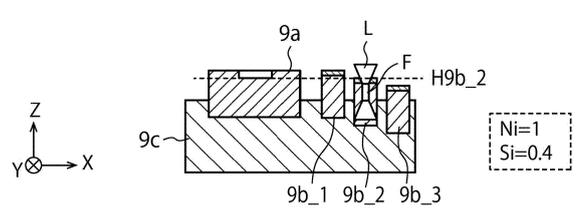


20

【 8 E 】

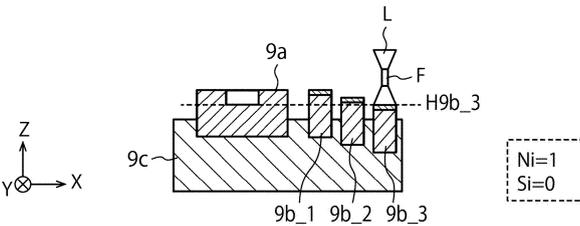


【 8 F 】

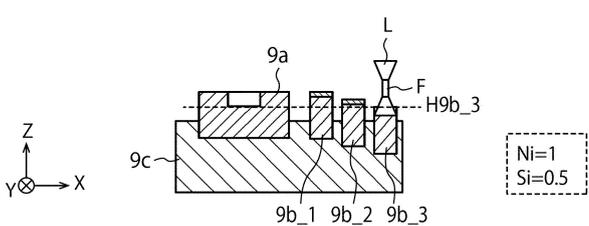


30

【 9 A 】



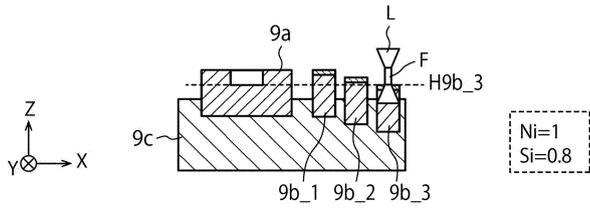
【 9 B 】



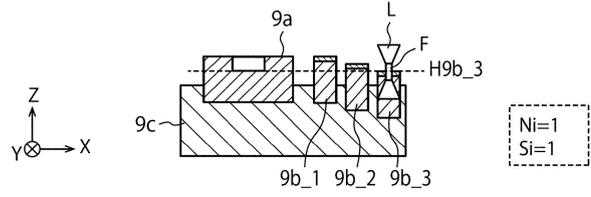
40

50

【 9 C 】

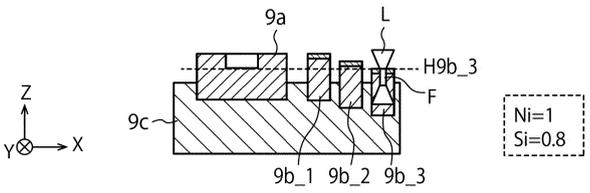


【 9 D 】

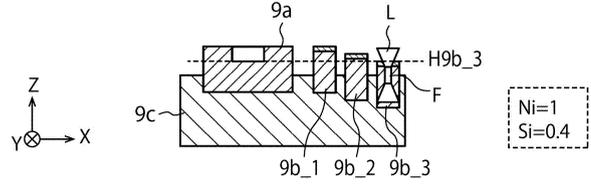


10

【 9 E 】

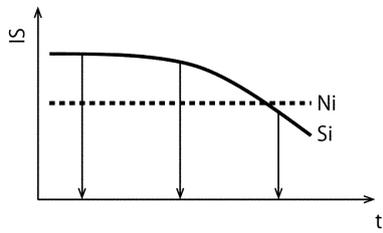


【 9 F 】

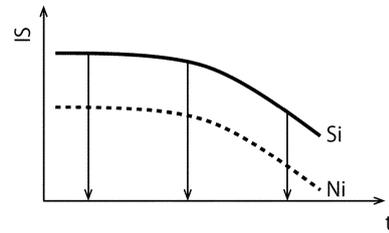


20

【 1 0 A 】



【 1 0 B 】



30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

テーマコード (参考)

H 0 1 J 49/00 3 6 0

G 0 1 N 1/22 Y

東京都港区芝浦三丁目 1 番 2 1 号 キオクシア株式会社内

F ターム (参考) 2G041 CA01 DA14 EA01 EA12 FA16 GA16 GA19 GA23 JA16 LA08
2G043 AA01 BA01 CA05 DA09 EA08 GA07 GA25 GB01 GB05 GB21
KA09 MA16
2G052 AA13 AB01 AD52 CA04 EB01 EB02 GA24
5C038 EF15 EF26 EF31