BL46XU 産業利用Ⅲ

1. 概要

BL46XUは産業界による放射光利用の促進を主な目的 とする産業利用ビームラインであり、標準アンジュレー タを光源とする高輝度X線を利用することができる。測 定手法は第1実験ハッチにおいてX線回折・散乱とX線 イメージング、第2実験ハッチにおいて硬X線光電子 分光(HAXPES)を提供している。2017年度BL46XU では第1実験ハッチにおいて多軸X線回折装置実験の ためのCompound Refractive X-ray Lenses (CRL)を 用いた集光光学系の整備を行い、第2実験ハッチでは HAXPES装置用の加熱サンプルステージを導入した。 それぞれの詳細について以下に報告する。

Compound Refractive X-ray Lenses (CRL) を用い た集光光学系の整備

BL46XU第1実験ハッチ上流側にはHUBER社製多軸 X線回折装置が設置されている。金属片などのバルク試 料や、シリコン基板もしくはガラス基板上に成膜された 薄膜試料のX線回折・散乱測定、各種*in-situ*測定を実 施している。薄膜X線回折・散乱において有機薄膜エレ クトロニクス、磁性薄膜、パワー半導体、強誘電薄膜な ど機能性薄膜の結晶構造・配向性評価が中心である。こ れまで高角度分解能測定を念頭に置いたX線検出系に 加えて、2次元検出器PILATUS 300Kを用いた広い逆格 子空間の高速測定システムを導入し、大量試料の高ス ループット測定や*in-situ*測定環境を整備し、当該分野 のSPring-8積極利用・成果創出を推し進めてきた。

さらに本多軸X線回折装置ではユーザー実験の多様 性に対応するため、入射X線のビームサイズの選択幅を 広げる技術開発を行っている。薄膜試料表面に対して入 射X線の入射角が全反射臨界角近傍のすれすれ入射配 置の微小角入射X線回折実験において、入射X線のビー ムサイズを数µmに絞ることで以下のメリットがある。 ①薄膜試料表面に照射される光子数の増加

機能性薄膜試料の微小角入射X線回折実験において、 試料サイズはおおよそ5-10 mm角である。この場合入 射角を0.12°と仮定すると、試料表面が受けることがで きる入射X線幅は約10-20 µmである。BL46XUでは実 験ハッチ最上流でのビームサイズは500 µm程度である ことを考えると、わずか数%のX線しか試料表面に照 射されておらず、残りは捨てていることになる。開口や 回折効率に依存するが集光光学系を用いることで試料表 面に照射される光子数を約10倍に向上させることがで き、測定の大幅な効率化が期待できる。

2微小領域観察

マイクロビームにすることで微小領域の観察が可能に なる。例えばトランジスタ用の薄膜であれば、これまで はX線回折評価用のベタ膜を測定しているが、マイクロ ビームになれば金属電極間のチャネル部分を評価するな ど、より実デバイスに近い状態での評価が可能になる。 ③角度分解能の向上

微小角入射X線回折・散乱法では試料表面に対し全 反射臨界角近傍のすれすれ入射角でX線を照射するた め試料表面でX線照射領域は長く伸び、多くの試料の 場合、試料表面全面が照射される(図1)。そのため2次 元検出器を用いた測定では、試料からの回折線も長く 伸びる。これは角度分解能が低下していることに相当 し2次元検出器を用いた測定の弱点といえる。角度分解 能低下によりピーク位置の精密な決定、近いピークの分 離、ピーク幅の算出が困難になり、格子定数などの構造 決定の精度を著しく低下させる。2 μm程度のマイクロ ビームが利用できると入射角0.12°でもX線の照射幅は1 mm以下に抑えられることで2次元検出器特有の弱点を 克服し、より精密な構造の議論が期待できる。

④バックグラウンドの低下

有機薄膜は原子散乱因子が小さい・結晶性が低い・散 乱体積が小さい、などの理由で試料からの回折・散乱 X 線強度は極めて低い。そのため高輝度放射光の利用が必 須となるが、バックグラウンドの低減も重要な技術要素 となる。通常のビームサイズでは、試料基板のエッジか らの散乱と試料に照射されなかった X線の空気散乱が バックグラウンドの主要因となる(図1)。マイクロビー ムが利用できるこれらのバックグラウンドを大幅に下げ ることが期待でき、膜厚の薄い薄膜や結晶性の低い試料 の評価が実現できると期待している。

BL46XU HUBER社製多軸X線回折装置では将来的に は20-30 µm以上のビームサイズには従来通りのスリッ ト成形、5-20 µmのビームサイズにはCRL集光光学系、 5 µm以下のビームサイズにはFZP(フレネルゾーンプ レート)集光光学系を採用することでビームサイズ選択 幅を確保し、これらのビームサイズを容易に切替えるこ とができる光学システムを構築することを計画してい



図1 微小角入射配置における角度分解能低下とバックグラウンドの上昇



図2 CRL位置調整機構

る。集光光学系としては最初にFZPを用いたマイクロ ビーム光学系の立上げを2014年から実施し、既にユー ザー実験に共用を始めている。2017年度からはCRLを 用いた集光光学系の立上げを行った。

導入したCRLはKarlsruhe Institute of Technology(KIT), Institute of Microstructure Technology (IMT) 製で、 以下の4種のレンズである。

- 1, 12.4 keV 縦方向line 集光、焦点距離約1200 mm、 レンズ数5
- 2, 12.4 keV point 集光、焦点距離約1200 mm、 レンズ数5×2
- 3, 15.0 keV 縦方向line 集光、焦点距離約500 mm、 レンズ数10
- 4, 15.0 keV point 集光、焦点距離約500 mm、 レンズ数10×2

これら4種のレンズが一つのシリコン基板上に設置されている。CRL位置調整機構を図2に示す。X線光軸方向をY軸、Y軸と直交し水平方向をX軸、鉛直方向をZ軸とすると、位置調整機構はXYZ自動ステージとX軸方向とZ軸方向を回転軸とする自動回転ステージの合計

5軸から構成されている。自動ステージ下部にはラフに 位置合わせを行う手動XZ軸も取り付けられている。こ のCRL位置調整機構はY軸方向に設置されている光学 ベンチ上に設置する。4種のレンズの切替えには自動X 軸ステージと自動Z軸ステージを用い、焦点距離の調整 には自動Y軸ステージを用いる。各レンズの評価には直 径300 µmの金ワイヤーを用いたナイフエッジスキャン を行い、焦点距離・焦点深度・ビームサイズ・ビームサ イズ安定性等を評価した。15.0 keV 縦方向line 集光用レ ンズの評価結果を図3に示す。図3(a)は光軸方向に金 ワイヤーの位置を移動させてナイフエッジスキャンによ りビームサイズを評価した結果であり、最もビームサイ ズが小さくなるワイヤーの位置で、CRLからの距離は 設計値どおりの約500 mmであった。ビームサイズが最 も小さくなった位置でのナイフエッジスキャンと微分プ ロファイルを図3(b)に示す。微分プロファイルの半 値幅よりビームサイズは約3.0 μmであった。これらの4 種のレンズの評価結果のまとめを以下に示す。

- 1. 12.4 keV 縦方向 line 集光:ビームサイズ 5~10 μm (縦)
- 12.4 keV point 集光:ビームサイズ 4μm(縦)×18μm(横) 焦点距離:約1200 mm
- 15.0 keV 縦方向line 集光:ビームサイズ 2~3 μm (縦)
- 4, 15.0 keV point 集光:ビームサイズ
 2~3 μm (縦) × 35 μm (横)
 焦点距離:約500 mm
- HAXPES R4000装置における加熱サンプルステージの導入

BL46XU HAXPESではSiC、GaNなどのパワー系半







図4 HAXPES R4000装置用加熱サンプルステージの外観写真

導体デバイスに関連した新規利用開拓を行っている。中 でもオーミック特性を得るための熱処理による界面シリ サイド層の形成やデバイスの熱的安定性などの高温プロ セスに着目した課題が多く、熱処理後の大気非暴露での 測定や、高温状態での*in situ*測定実現が要望されてい た。これらに対応するため、2017年度に加熱可能なサ ンプルステージをBL46XUのHAXPES R4000装置(VG Scienta 社製アナライザー)へ導入した。

図4に導入したHAXPES装置用加熱サンプルステージの外観写真を示す。本加熱サンプルステージは試料導入ロッド部、フランジ部、加熱ステージ部により構成され、SiCヒーターにより1000℃程度までの加熱が可能である。サンプルステージや試料固定用冶具の材質には高温耐熱性のあるモリブデンを用いている。

図5は本加熱サンプルステージを用いたオーミック電 極形成のためのNi/SiC基板界面のシリサイド層形成に ついてHAXPES測定を行った結果である。この図が示



図5 励起X線エネルギー:8 keV、光電子の脱出角度:80°で測定 した800℃1分加熱前後のNi/SiC基板のSi1sスペクトル

すように加熱で形成されたシリサイドに対応する信号が 検出され、加熱サンプルステージが良好に動作すること を確認できた。

JASRI 產業利用推進室

産業利用支援グループ

安野 聡、小金澤 智之、梶原 堅太郎、佐藤 真直