

BL16XU 産業用専用ビームライン建設利用共同体(産業界ID)

1. はじめに

産業界専用IDビームライン(BL16XU)は、産業界専用BMビームライン(BL16B2)とともに13企業グループ^[1]が「産業用専用ビームライン建設利用共同体」(以下「共同体」と略記)を結成してJASRIの協力のもとに設計・建設し、1999年10月より各社利用に供されている^[2]。

2. 装置の特徴^[3]

光源は真空封止型直線偏光X線アンジュレータ(磁場周期長40mm、周期数112)であり、SPring-8標準タイプの回転傾斜型二結晶単色器(Si(111)反射面使用)により、光子エネルギー4.5keV~40keVの単色光を試料面上に導く(光子数:~10¹³photons/s)。単色器下流には、退避可能なベントシリンドリカルミラーを置き、ミラー下流のピンホール位置にX線ビームを収束可能である。ピンホールはX線マイクロビーム形成用の仮想光源に使用する。実験ハッチ内には、上流から波長分散型蛍光X線分析装置(SSD兼備、全反射測定可能)、水平軸X線回折装置(数十μmのビームで測定可能)、走査型X線顕微装置(回折、蛍光、透過イメージング可能)を配置している(全体配置図は、BL16B2産業界専用BMの稿参照)。

3. 実験の概要

次に2000年度に行われた実験の概要を述べる。ビームライン整備・調整と運営は共同体が体制を組んで実施しているが、利用実験は原則各社独立に行っており各社の事業支援と結びついている。

3-1. 高強度ピアノ線中のセメンタイトの結晶性評価^[4,5]

住友電気工業の山口らは、スチールラジアルタイヤやパネなどに使われる高強度ピアノ線中のセメンタイト相(Fe₃C)の結晶性を評価した。通常、実験室装置ではセメンタイト相からの回折ピークはきわめて弱く定量評価が困難であったが、放射光により明瞭なセメンタイト相の回折ピークの半値幅を精度良く測定することが出来た。その結果、伸線加工による歪の付与、熱処理による結晶性の回復をより定量的にとらえることが可能となり、これらの変化が材質により異なり、また機械的特性と対応することが判った。

3-2. ハードディスク用磁気記録媒体のX線面内回折^[4,6]

富士電機総合研究所の広瀬らは、ハードディスク(HD)の記録密度向上の指針を得るためにHD媒体磁性層の結晶

構造を検討した。記録層はCo系合金多結晶薄膜(膜厚:5nm~30nm)で、水平記録方式のため、六方晶Co結晶の磁化容易軸(c軸)を面内配向させる必要がある。そこで、X線面内回折法で結晶性を評価した。その結果、多数の回折線と回折線幅が精度良く得られた。これによりCoの結晶配向性を解析し、c軸配向メカニズムの解明を進めた。また、各回折線幅の違いからc軸方向の積層欠陥密度の評価を可能にした。

3-3. 強誘電体PZT薄膜の分極反転による構造変化の評価^[4,7]

日本電気の木村らは、不揮発性メモリのキャパシタ膜であるPb(Zr,Ti)O₃薄膜(PZT薄膜と略記)を低温MOCVD法でPt下部電極上に成膜し、分極反転による構造変化を測定して疲労機構との相関を考察した。PZT薄膜は強い[100]配向を示し、分極特性はcドメインにより得られる。測定は水平軸X線回折計を用い、入射ビームを数十μmサイズに整形して、電界駆動による繰返し分極反転部分からのみの回折線を得た。その結果、004反射の間隔d₀₀₄が10⁶回から急激に伸び、それに対応して残留分極値が減少することを見出した。

3-4. 強誘電体SBT薄膜の蛍光XAFS解析^[4,8]

松下テクノリサーチの尾崎らは、不揮発性メモリのキャパシタ膜に用いられるSrBi₂Ta₂O₉(SBTと略記)強誘電体薄膜が、シリコンプロセスの還元作用を伴う処理で受ける影響を蛍光XAFS測定法で調べた。特にアモルファス成分の挙動やBiのサイト選択性に着目した。試料はSBT(数100nm)/Pt-/Si構造でSBT膜厚が薄くPt下部電極の存在が無視出来ない。すなわち、BiとPtの蛍光X線のL線が近接しSSDでは分離が難しいため、高分解能な波長分散型蛍光X線分析装置により蛍光XAFS測定を試み、有効性を確認した。

3-5. TFT用ガラス基板上的非晶質ITO薄膜の構造評価^[4,9]

三菱電機の上原らは、TFT用ガラス基板上的ITO(酸化インジウム・錫)透明導電薄膜において、導電率が結晶膜より非晶質膜で低くなる原因を蛍光XAFS法により調べた。従来の放射光励起とSSDの組み合わせではSn-Kα線の検出は困難であったが、今回、波長分散型蛍光X線装置を用い、100nm厚ITO薄膜でSnのXAFS解析に初めて成功した。その結果、非晶質膜と結晶膜でSn周りの酸素配位状態に有意差は認められず、導電率の差は配位状態の違いとは別の原因によるものであることが判った。

3-6. 高誘電体メタルゲート構造の斜入射蛍光X線分析法による解析^[4,10]

富士通研究所の淡路らは、次世代高誘電体メタルゲート構造TiN/Ta₂O₅(5nm)/Si中のTa₂O₅ゲート絶縁膜が熱処理によってTiN膜と相互拡散する様子を調べた。測定には波長分散型蛍光X線分析装置を用いた。蛍光入射角依存性から元素分布を評価する手法を開発しデータを解析した。その結果、900 以上の熱処理によって、TaがTiN層中に拡散する様子を明らかにした。これにより、900 以上の熱処理を避ける工程の導入が必要であることが判った。

3-7. 半導体基板表面の重金属微量分析^[4,11]

東芝の竹村らは、半導体基板表面の微量重金属元素の高感度定量分析を目的として、Si基板上の検出下限を検討した。測定には全反射蛍光X線装置を用い、試料は重金属元素量 $10^9 \sim 10^{11}$ 原子/cm²の極低濃度標準汚染Si基板を準備し、定量分析の感度評価を行った。その結果Pb、Ptなど重金属元素が検出下限 6×10^9 原子/cm²(2×10^{-13} g)で分析できることを実証した。本結果はW、Taなどにも応用できるため、高誘電体薄膜などを含む半導体プロセスにおける微量重金属挙動解析に利用する見通しが得られた。

3-8. Cu配線プロセスにおけるウエハー局所分析^[4,12]

三洋電機の西野らは、Cu配線工程において製造装置がCu汚染されることを防ぐために、ウエハエッジ部のCu分布を評価した。ウエハエッジ部はCuが成膜されておらず下地のTa₂Nが露出している。そこで、波長分散型蛍光X線装置を用い、試料を走査することでTa₂N露出部分のCu分布をTaL α とCuK α の蛍光を分離して測定した(エネルギー分散型では分離不可)。その結果、サブmmの空間分解能でCu分布を明瞭に測定することができ、本方法をCu配線プロセスの開発に活用する見通しが得られた。

3-9. サブ μ m X線ビームを用いたCuダマシ配線の結晶性評価^[4,13]

日立製作所の平井らは、デバイス材料やバイオ試料をサブ μ m以下の分解能で計測することを目指し、12keVで実用レベル強度をもつ $0.51\mu\text{m}(H) \times 0.86\mu\text{m}(V)$ のX線微小ビームを形成した。これをプローブとし、Cuダマシ配線の通電劣化と結晶粒配向・分布との関係を調べるために、配線中のCu(111)配向結晶粒分布とCu配線溝境界部分からのデバイリングを測定した。その結果、結晶粒は集群していること、配線溝側壁でCu(111)面が壁面配向する場合のあること等が判明し、Cu配線の通電劣化の機構解明への手掛かりを得た。

(株)日立製作所 平井康晴)

参考文献

- [1] 神戸製鋼所、三洋電機、住友電気工業、ソニー、電力グループ(関西電力、電力中央研究所)、東芝、豊田中央研究所、日本電気、日立製作所、富士通研究所、富士電機総合研究所、松下電器産業、三菱電機(50音順)。
- [2] 平井康晴ほか: SPring-8利用者情報 Vol.4, No.4(1999)16; 久保佳美: ibid. 6(2001)103.
- [3] 第13回日本放射光学会年会(2000/1/8, 岡崎); N. Awaji et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 39(2000)L1252.
- [4] 2001年8月3日に共同体主催、JASRI協賛で「サンビーム研究発表会」を開催。「サンビーム研究発表会内容梗概集(2001)」に各社利用実験の結果が纏められている。
- [5] K. Yamaguchi et al.: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)381. 山口浩司、河部 望: 材料とプロセス(日本鉄鋼協会講演論文集)33(2000)537.
- [6] T. Hirose et al.: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)366; ibid. No.6(2000B)197.
- [7] S. Kimura et al.: SPring-8 User Experiment Report No.6(2000B)192.
- [8] S. Ozaki et al.: SPring-8 User Experiment Report No.6(2000B)194.
- [9] Y. Uehara et al.: SPring-8 User Experiment Report No.6(2000B)194.
- [10] N. Awaji et al.: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)373.
- [11] M. Takemura et al.: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)378; ibid. No.6(2000B)193.
- [12] J. Nishino et al.: SPring-8 User Experiment Report No.6(2000B)192.
- [13] Y. Hirai et al.: SPring-8 User Experiment Report No.5(2000A)363; M. Hasegawa et al.: ibid. No.6(2000B)189.