

P41 / S-07

2019B5142
BL16XU

サンビームの HAXPES 装置

株式会社東芝 吉木 昌彦

はじめに サンビーム共同体の HAXPES 装置は 2013 年末に導入され、2014A 期に基本機能の立ち上げを完了、各社利用を開始し[1]、今年で稼働 10 年目を迎えた。装置構成としては、当時の共用ビームラインで実績のある仕様をベースに産業利用に適した基本性能および独自機能を盛り込んでおり、さらにその後も試料導入時間を短縮するための改造や試料帯電の緩和に有効な X 線シャッターの導入、制御・検出系の更新などを進め、現在も高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。本発表では、これらの特長や装置性能の詳細とともに、この 10 年間のサンビーム共同体での研究例を紹介する。

装置の特長 共同体各社の様々なニーズを踏まえ、産業利用で必要となる以下の独自機能を実現した(図 1-4)。

- 1) 25 μm 集光 X 線による斜入射配置/全反射測定 → 高感度測定、全反射/非全反射を利用した深さ方向分析
- 2) 58 mm 大型試料ホルダー+自動試料ステージ → 試料導入時間の短縮、大型試料/多試料対応、終夜自動測定
- 3) 電子・イオン併用の高性能帯電中和システム → 絶縁物試料を含む幅広い試料に対応
- 4) 搬送ベッセルによる大気非曝露導入 → リチウムイオン二次電池電極など大気中で劣化しやすい試料に対応
- 5) アッテネータによる検出器飽和の抑制 → 主成分から微量元素まで高精度測定、X 線照射試料損傷の低減
- 6) 5 端子の電圧印加用試料ホルダー/スロット → 4 端子法を用いた高精度な電圧印加測定に対応

装置の性能 図 5 に斜入射配置を利用した高感度測定の実例を示す。試料は As を極浅イオン注入した Si ウエハで、励起エネルギー 8 keV、X 線視射角 2°、光電子検出角 88° で測定を行い、0.005 原子層に相当する $5 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ と極微量の As についても結合状態分析が可能である。

[1] 吉木、サンビーム年報・成果集 vol.4, 14 (2015).

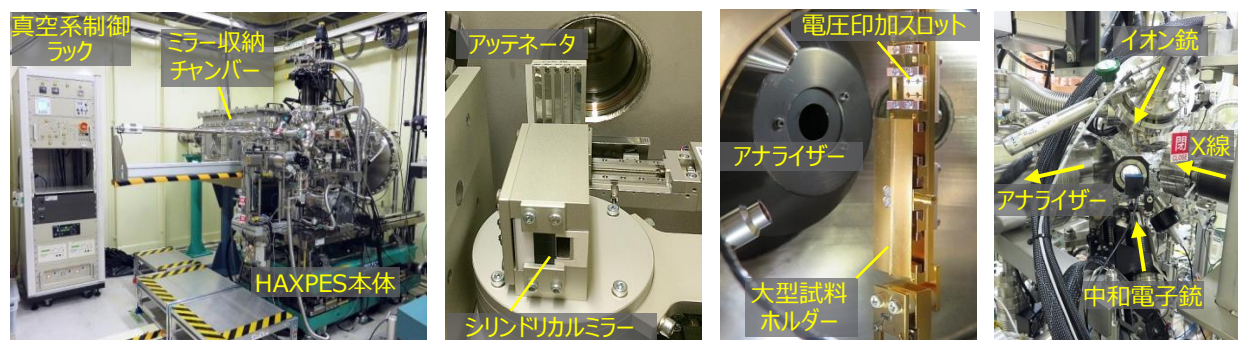


図 1. サンビーム HAXPES 装置 図 2. アッテネータ 図 3. 大型試料ホルダー 図 4. 帯電中和システム

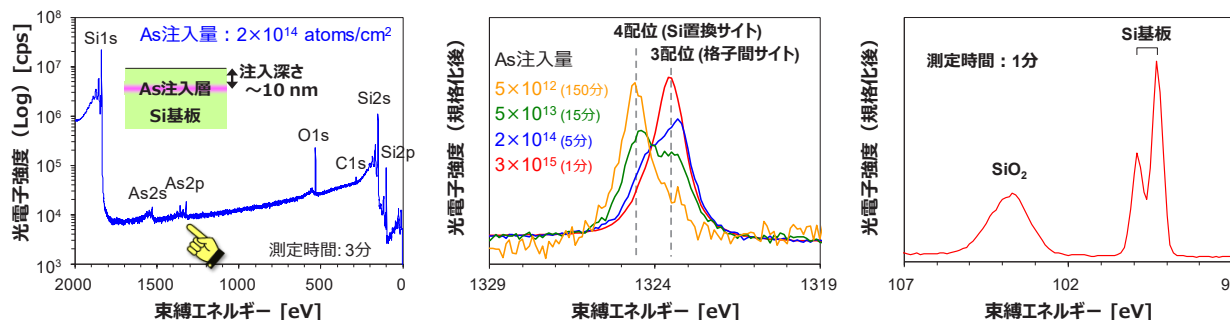


図 5. As イオン注入 Si の HAXPES スペクトル(左からワイド、As_{2p_{3/2}}ピーク、Si_{2p}ピーク)

TOSHIBA

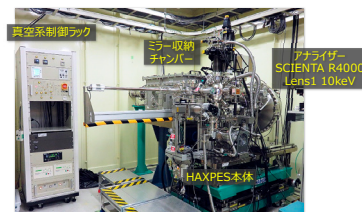
サンビームのHAXPES装置

(株) 東芝 研究開発センター 吉木 昌彦

概要

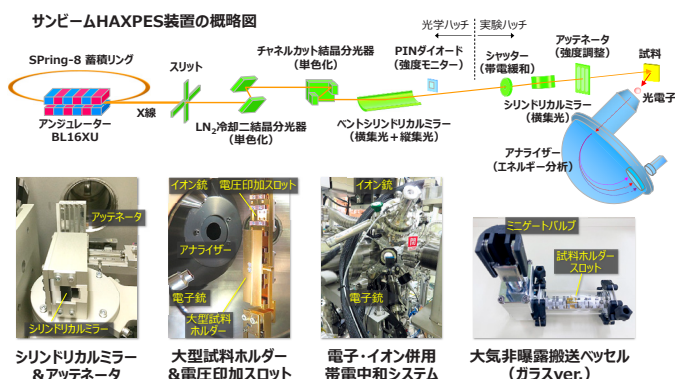
サンビーム共同体のHAXPES (硬X線光電子分光法) 装置は2013年末に導入され、2014A期の各社利用開始から今年で稼働10年を迎えた。導入当時に共用ビームラインで実績のあった仕様をベースとして、産業利用に適した独自機能と基本性能を備えた装置設計となっており、その後も試料導入時間を短縮するための改造や試料帯電の緩和を狙ったX線シャッターの導入、制御・検出系の更新などを行い、現在も高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。本発表では、これらの特長や装置性能の詳細とともにサンビーム共同体での研究例を紹介する。

* 詳しくはサンビーム共同体ホームページ (<https://sunbeam.spring8.or.jp/>) の「研究成果」をご覧ください



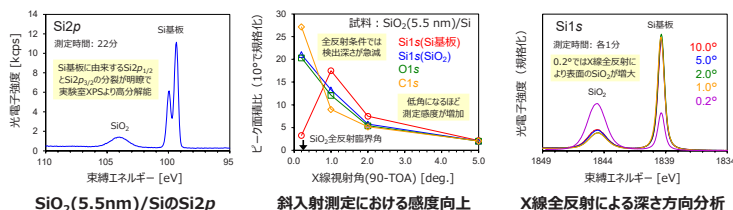
特長

- 25 μmに集光されたX線により、斜入射配置での高感度測定および全反射測定が可能
- 最短導入時間5分、58×20 mmの大型試料ホルダーと自動測定機能により、多数の試料を効率よく測定可能
- 電子銃とイオン銃を組み合わせた帯電中和システムにより、絶縁物を含む幅広い試料に対応
- 試料搬送ベッセルを用いた真空・不活性ガス雰囲気下での試料導入に対応
- アッテネータを用いた検出器の飽和抑制により、主成分から微量元素まで高い精度で測定可能
- 5系統の電流導入に対応した電圧印加試料ホルダーにより、4端子法を用いた精密な電圧印加測定が可能



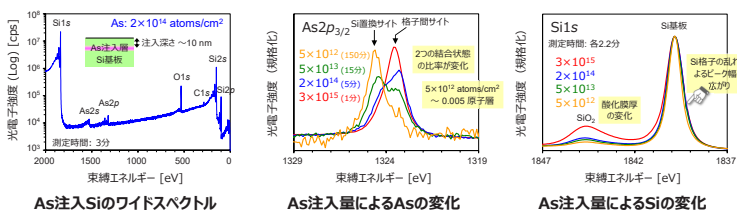
性能

- 測定感度・エネルギー分解能 (試料: Au)
 $Au4f_{7/2}$ ピーク高さ > 300 kcps
 フェルミ端幅 (16-84%) < 0.24 eV
- 励起X線
 利用可能エネルギー: 6, 8, 10 keV
 ビームサイズ: 水平~25 μm, 垂直~27 μm
 ⇒ 高感度に有利な斜入射配置でもスポットが小さい

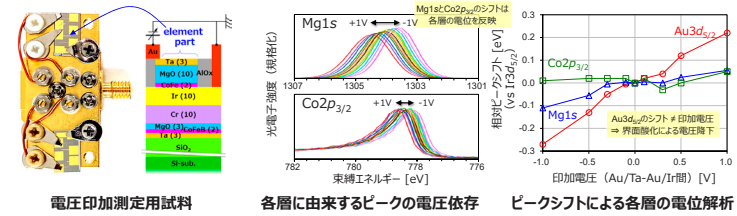


研究例

- 斜入射配置による極微量Asの高感度結合状態分析
 深さ10 nm付近にイオン注入された0.005原子層レベルの極微量Asの結合状態を非破壊で分析。注入量が多くなると、Si格子の破壊が進んで結晶性が低下し、格子間サイトのAsが増加することを示した。
 ref.) 吉木, サンビーム年報・成果集, Vol.4, 17 (2015).



- 電圧印加測定による次世代メモリの深さ方向電位解析
 電圧制御型磁気抵抗メモリと同様の積層構造で測定用素子パターンを製作し、上下電極間の印加電圧を変えながらオペランド測定を実施。電圧に依存したピークシフト量から各層の電位を非破壊で解析し、MgO/CoFe界面にダイポールが生成する可能性を探った。
 ref.) 藤井ほか, SPRing-8/SACLA利用研究成果集, 8, 149 (2020).



- オージェ電子収量法による化学状態選別XAFS分析
 表面酸化したTi板で励起エネルギーを変えながらTi-KLL オージェピークを測定し、TiおよびTiO₂に由来する成分の励起エネルギー依存から、化学状態別のXAFSスペクトルが得られることを確認した。チャネルカット分光器を退避して測定感度を優先し、短時間でS/Nの高いデータが得られた。
 ref.) 横溝, SPRing-8/SACLA利用研究成果集, 10, 545 (2022).

