

松下のサンビーム 10 年を振り返って

松下電器 尾崎伸司
ozaki.s@jp.panasonic.com

本年は、松下の参加する産業用専用ビームライン(略称サンビーム)建設 10 年、設備更新プロジェクト完了の年で、サンビーム共同体の節目の年に当たる。松下は、サンビーム共同体への参加を端緒に、本格的な放射光利用を開始した。松下の放射光利用にとっても、10 年目の節目の年に当る。大型放射光施設 SPring-8 に設置されたサンビームにおける、松下の過去 10 年間の放射光利用の成果を、サンビーム研究発表会の発表を中心に、具体的には、超微量、超微小での状態分析を目指す、XAFS を中心とした取り組みにつき、分析事例を中心に、紹介する(下表参照)。

例えば、各種の機能性薄膜では μm オーダーのサイズでなければ、その機能を発現しないような薄膜が存在する。また、同様なプロセス条件で処理しても、通常のヘタ膜と実パターンでは特性が異なるような機能性薄膜が存在する。我々は、昨年度の研究発表会で、BL16XU の KB ミラーによるマイクロビーム形成装置を用い、蛍光 XAFS 法で、ビーム径数 μm 、Ni 絶対量 1pg 以下で Ni 結合状態が識別可能な事を報告した。超微量、超微小での状態分析を目指し、結合状態識別が可能な、分析領域の大きさや絶対量等を検討するためのこれまでの取組をまとめて報告する。

表 松下のサンビーム研究発表会の講演題目

年度	講演題目
2007	Ni 薄膜のマイクロ蛍光 XAFS 分析
2006	蛍光 XAFS による、Siウエハ上、微量金属元素の分析
2005	7素子 SDD の XAFS への応用 - 検出器間の比較 -
2004	青色蛍光体 BAM 中、Eu の化学状態分析
2003	波長分散蛍光 X 線分析法による Si/SiO ₂ の化学結合状態分析
2002	放射光蛍光 X 線分析の電子材料への応用 - 超微量分析から状態分析まで -
2001	強誘電体薄膜: Si-/Pt/SBT の XAFS 解析

注: 2004 年度より、JASRI、ひょうご科学技術協会と共催 SP-8 産業利用報告会として開催されている。

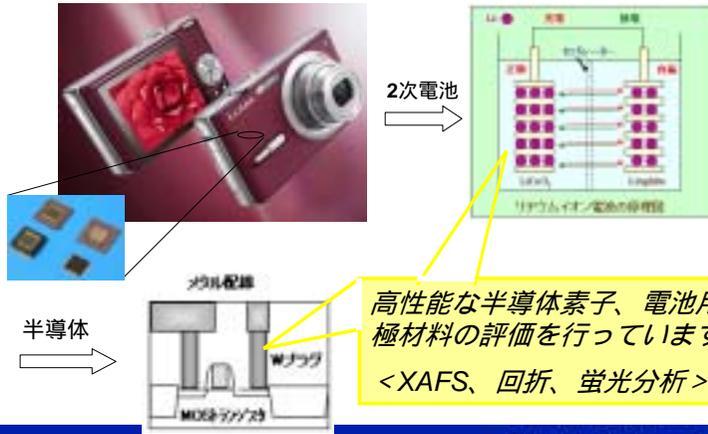
2008年9月18、19日

第5回SPring-8産業利用報告会

松下のサンビーム10年を振り返って

尾崎 伸司(松下電器産業)

使う人への優しさを支えるデバイス <半導体、電池電極材料の開発>



Panasonic ideas for life

New metallic elements relevant to the semiconductor devices

Device	Elements
DRAM	Sr, Zr, Ru, Ba, Ce, Hf, Ta
Logic	Co, Ni, Ge, In, Sb, Ta, W
FeRAM	Sr, Zr, Ru, Ta, Ir, Pt, Pb, Bi

- Hfシリケート、 HfO_2 、 ZrO_2 等の次世代ゲート材料、PZT、SBT等を用いるFeRAM、その他、新規元素を含む電子材料の半導体プロセスへの導入が始まっている。これら元素は、新規プロセス導入を中心に、半導体プロセスにおける挙動解析のため、超微量分析と局所分析が必要になると予想される。

Panasonic ideas for life

表 松下のサンビーム研究発表会の講演題目とその内容

年度	講演題目	講演内容
2007	Ni薄膜のマイクロ蛍光XAFS分析	μm オーダーの微小領域でのXAFSによる状態分析
2006	蛍光XAFSによる、 Si / SiO_2 上、微量金属元素の分析	10^{12}atoms/cm^2 オーダーの表面金属のEXAFS分析
2005	7素子SDDのXAFSへの応用 - 検出器間の比較 -	超微量成分の状態分析を目指す7素子SDDの検討
2004	青色蛍光体BAM中、Euの化学状態分析	7素子SDDによるEXAFS分析のBAM中Euへの応用
2003	波長分散蛍光X線分析法による Si / SiO_2 の化学結合状態分析	WD-XRFによるEXEFS分析の検討
2002	放射光蛍光X線分析の電子材料への応用 - 超微量分析から状態分析まで -	数10ppmオーダーのXANESによる状態分析
2001	強誘電体薄膜:Si-/Pt/SBTのXAFS解析	全反射波長分散蛍光XAFS法の検討

注:2004年度より、JASRI、ひょうご科学技術協会と共催SP-8産業利用報告会として開催されている。

- ・超微量、超微小での状態分析を目指し、7素子SDD、波長分散蛍光X線検出器等の検討、全反射蛍光XAFS、マイクロビーム蛍光XAFS等の検討等、結合状態識別が可能な、分析領域の大きさや絶対量等を検討のための取組をまとめて報告する。

Panasonic ideas for life

数10ppmオーダーの微量元素状態分析のための
単素子SSDによる蛍光XANES測定 (BL16B2)

XAFS実験

Sample

LiCoO₂粉末 Co₃O₄粉末

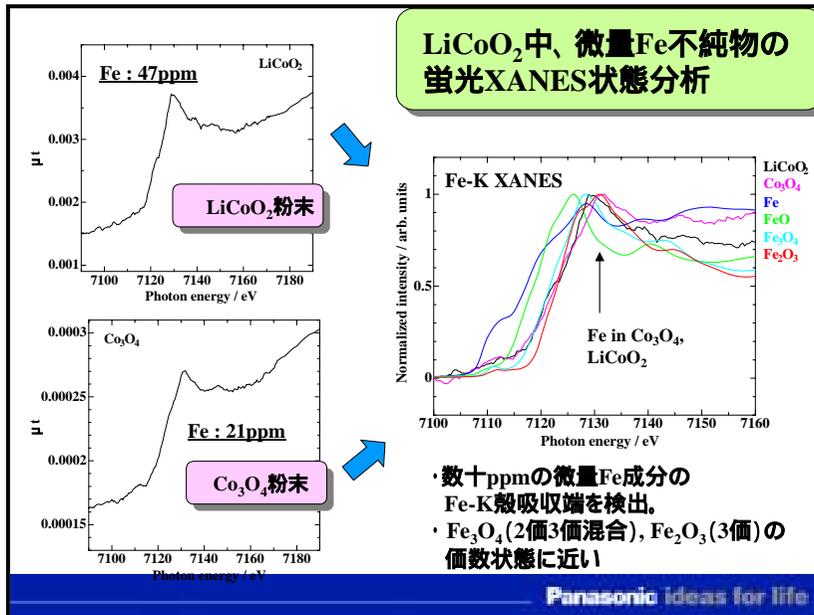
標準試料として

Fe foil (10 μm), FeO粉末, Fe₃O₄粉末, Fe₂O₃粉末

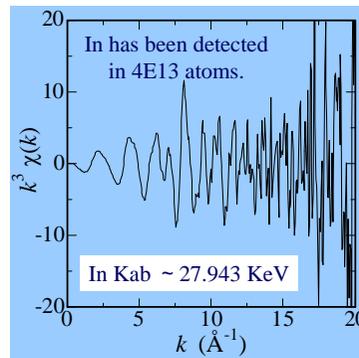
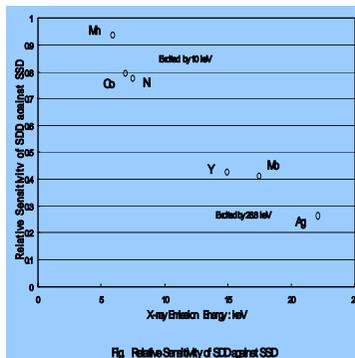
測定条件

試料No.		
ビームライン	SPring-8 BL16B2	
測定法	蛍光法	透過法
試料調製	X線回折測定用 ガラスホルダーに充填	10mm ペレット (BNと混合)
測定時間	約5時間半	約1時間

Panasonic ideas for life



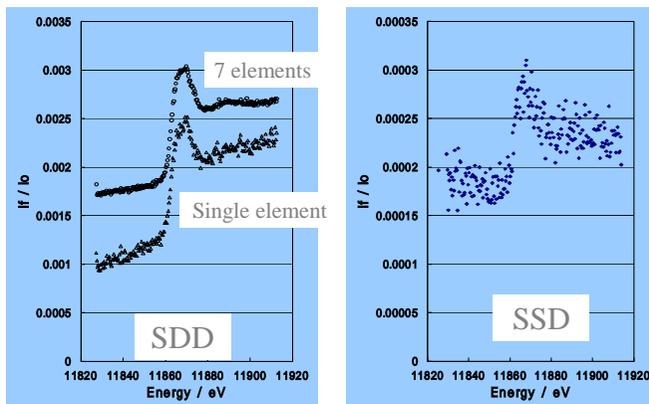
In K k³ (k) spectra of InAlGaN/Al₂O₃
by SSD with 7 elements



SDD is almost available for all elements.

Panasonic ideas for life

As K XANES spectra of As in GaN by SDD with 7 elements and single element or SSD



Panasonic ideas for life

EuL3 $\chi(k)$ spectra of Eu in BAM by SDD with 7 elements or Ge SSD with 19 elements

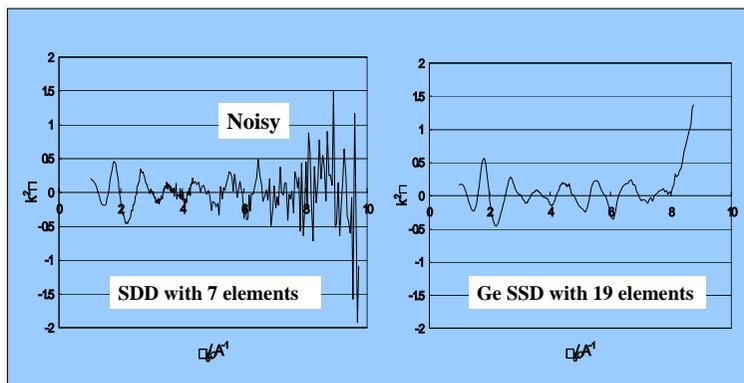


Figure 1 EuL3 $\chi(k)$ spectrum of Eu in BAM using SDD with 7 elements

Figure 2 EuL3 $\chi(k)$ spectrum of Eu in BAM using Ge SSD with 19 elements

Panasonic ideas for life

**超微量状態分析のための7素子SDDによる
蛍光XAFS (BL16B2)**



検出素子部



試料台、プリアンプ、温度コントローラ

如何にシグナル強度を稼ぐか

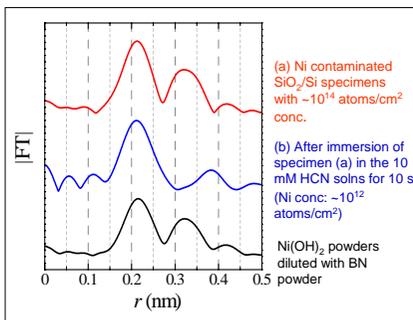
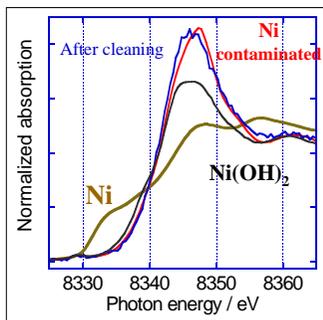
多素子検出器 (高検出効率) と斜入射 (バックグラウンドの軽減)

Panasonic ideas for life

Si₂O₃上の微量汚染Ni

・XANESスペクトル

・動径分布関数



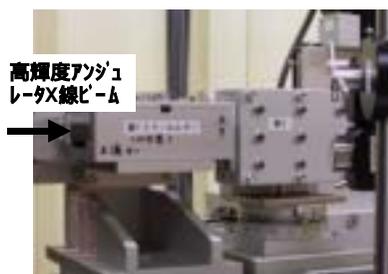
- ・汚染Niの結合状態は、Ni金属と明らかに異なり、Ni水酸化物に近い。
- ・洗浄後の汚染Ni-K β ピークは、低エネルギー側にシフトしている。

BL16B2で、7素子SDDを用いれば、 10^{12} atoms/cm²オーダーのSi₂O₃基板上のNiのEXAFS分析が可能

Panasonic ideas for life

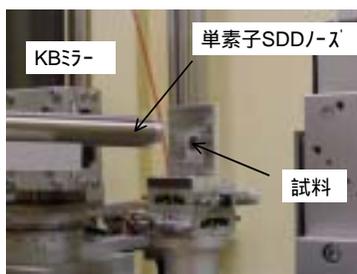
超微小領域状態分析のためのマイクロ蛍光XAFS (BL16XU)

- 如何にして微小領域の結合状態を測定するか -



KBミラー

- ・集光でX線強度を稼ぐ
- 2枚のミラーを用い、それぞれ、縦、横を集光。

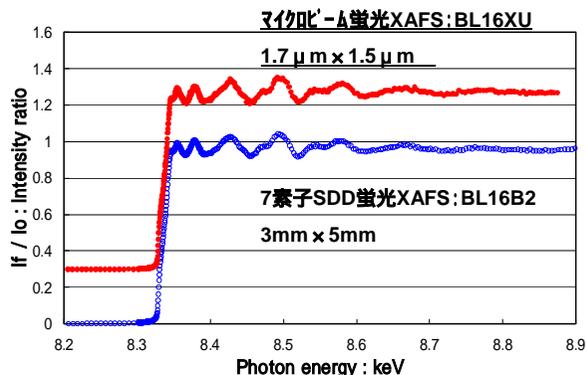


試料測定部

- ・半導体検出器で、元素を選択、蛍光X線を検出しシグナル強度を稼ぐ

Panasonic ideas for life

Ni薄膜のマイクロ μ -m Ni-K XAFSスペクトル



- ・ $1.7 \mu\text{m} \times 1.5 \mu\text{m}$ で0.6pg相当のNiが識別可能
- ・最も微量かつ微小が可能な、元素別の状態分析

Panasonic ideas for life