

## シリコンドリフト検出器のSR-TXRF への適用

尾崎伸司<sup>1</sup>、野口真一<sup>2</sup>、飯原順次<sup>3</sup>、竹村モモ子<sup>4</sup>、野中敬正<sup>5</sup>、出口博史<sup>6</sup>、上村重明<sup>7</sup>

<sup>1</sup>松下テクニサーチ、<sup>2</sup>電力中央研究所、<sup>3</sup>住友電気工業、<sup>4</sup>東芝、<sup>5</sup>豊田中央研究所、<sup>6</sup>関西電力、<sup>7</sup>SES

〔はじめに〕 我々は、SPring-8の産業専用ビームライン<sup>1</sup>、BL16XUに新開発の蛍光X線分析装置<sup>2</sup>を設置し、固体素子検出器 (SSD)を用いたウェル上微量元素の全反射蛍光X線分析 (TXRF)を行ってきた。SSDは最大計数率が低く、既に現状の入射X線強度で飽和の状況を示しており、検出限界の向上が難しく、より高計数率な検出器が望まれていた<sup>2</sup>。

検出限界向上のため、より高計数率なシリコンドリフト検出器 (SDD)を導入し、飽和カウント数や検出限界のSSDとの比較を中心に、元素による感度差やコリメータ、フィルタの効果等を検討したので、その結果を報告する。

〔実験〕 SPring-8、産業専用ビームラインの蛍光X線分析装置が設置されているBL16XUを中心に、一部BL16B2を使用し、実験を行った。SDDはアワズテック製、素子面積5mm<sup>2</sup>、Ge-SSDはEG & G, ORTEC JGLET-111455を使用した。

飽和カウント数の評価は、膜厚6 μmのCu箔を試料として、実験を行った。検出限界の評価は、4X10<sup>11</sup>atoms/cm<sup>2</sup>のMn, Co, Ni, Cu汚染Siウエハを使用、入射X線エネルギー12keV、Si基板の全反射臨界角以下の入射角0.05度で、実験を行った。

〔実験結果〕 図1に、SDD及びSSDで測定した、入射X線強度に対するCuKαの蛍光X線強度を示した。入射X線強度は膜厚の異なるAl箔を挿入、適宜コントロールした。SDDは40,000 ~ 50,000cps程度までリニアリティを保っており、SSDが8,000cps程度で既にデッドタイムが15%とほぼ飽和の傾向を示すのに対し、半桁以上の利得が期待できる。

図2に、SDD及びSSDで測定したMn, Co, Ni, Cu汚染SiウエハのTXRFスペクトルを示した。SDDは10<sup>9</sup>atoms/cm<sup>2</sup>オーダーのSSDとほぼ同等の検出限界が得られている。また、散乱線強度は両者ともほぼ同程度だが、基板のSi強度はSDDの方がSSDよりも、1桁程度大きい。TXRFスペクトルでは、図2のように、全体の積分強度の主要な部分を散乱線と基板の強度が占める場合が多い。エネルギー分散型検出器では、注目する元素の蛍光X線強度ではなく、全体の積分強度で検出器の飽和が決定される。更なる検出限界向上の為、フィルタの最適化とビーム強度の増大が必要と考えている。

〔引用文献〕 1.神戸製鋼、三洋電機、住友電工、ソニー、電力G (関西電力、電中研)、東芝、豊田中研、日本電気、日立、富士通研、富士電機、松下電器、三菱電機の13社、詳細はHPを参照下さい。 <http://sunbeam.spring8.or.jp/>

2. N. Awaji et al, Jpn. J. Appl. Phys., 39(2000)L1252. 3. L. Struder et al, Microscop. Microanal., 4(1999)622.

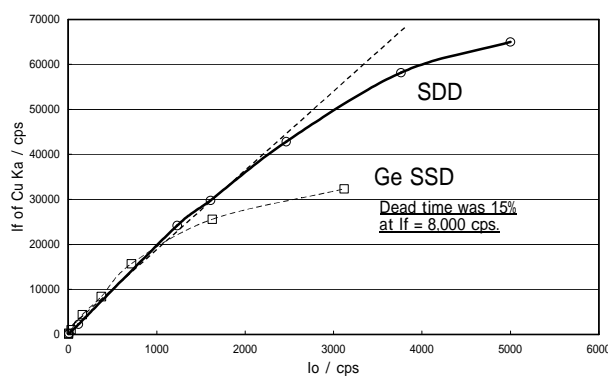


図1 SDD、SSDの入射X線強度と蛍光X線強度の関係

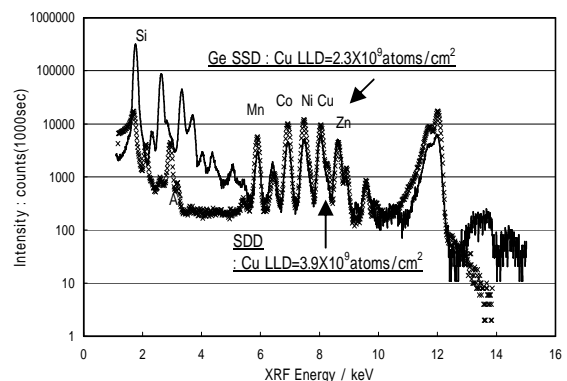
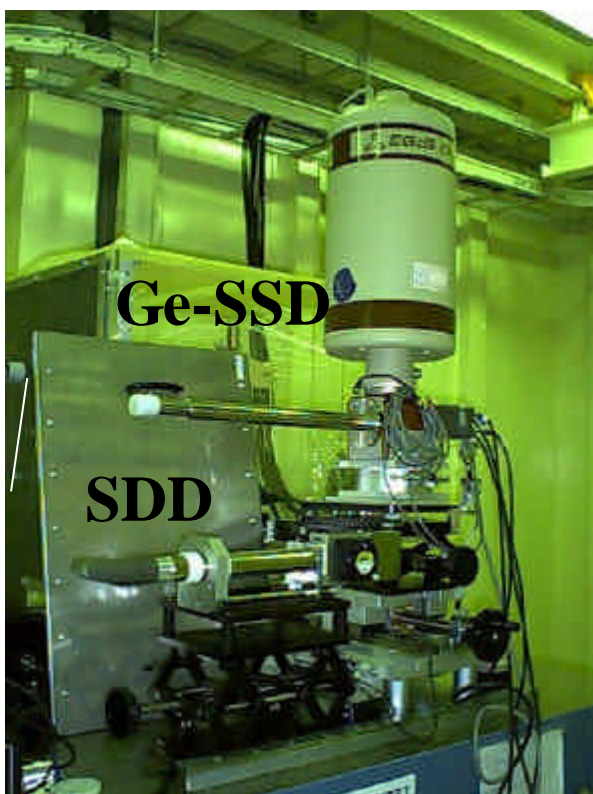


図2 SDD、SSDの汚染SiウエハTXRFスペクトルの比較

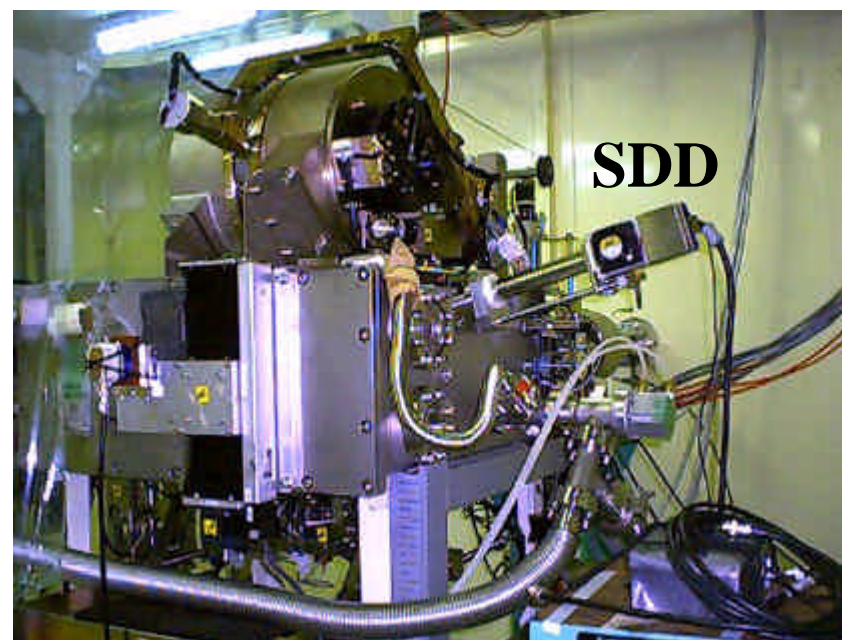
# 概要

- 我々は、Spring-8の産業専用ビームライン、BL16XUに新開発の蛍光X線分析装置を設置、SSDによるウェハ上微量元素の全反射蛍光X線分析 (TXRF)を行ってきた。SSDは最大計数率が低く、既に現状の入射X線強度で飽和の状況を示しており、検出限界の向上が難しく、より高計数率な検出器が望まれていた。
- 検出限界向上のため、より高計数率なシリコドリフト検出器 (SDD)を導入、飽和カウント数や検出限界のSSDとの比較を中心に、元素による感度差やコレクタ、フィルタの効果等を検討したので、その結果を報告する。

# SDDとGe-SSDの全景 と全反射蛍光X線用セッティング



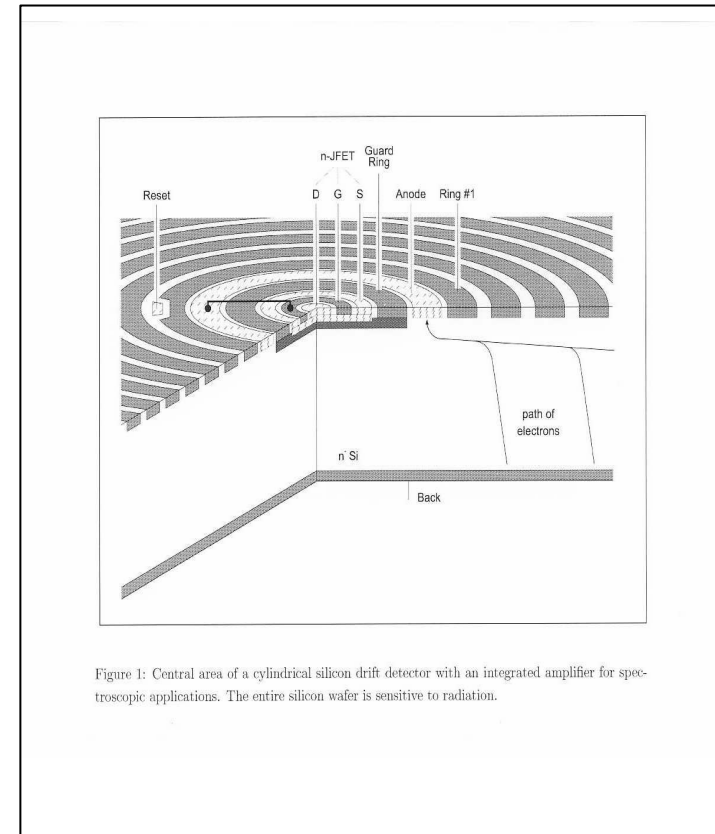
SDDとGe-SSDの全景



SDD :全反射蛍光X線装置

# SDDの特徴

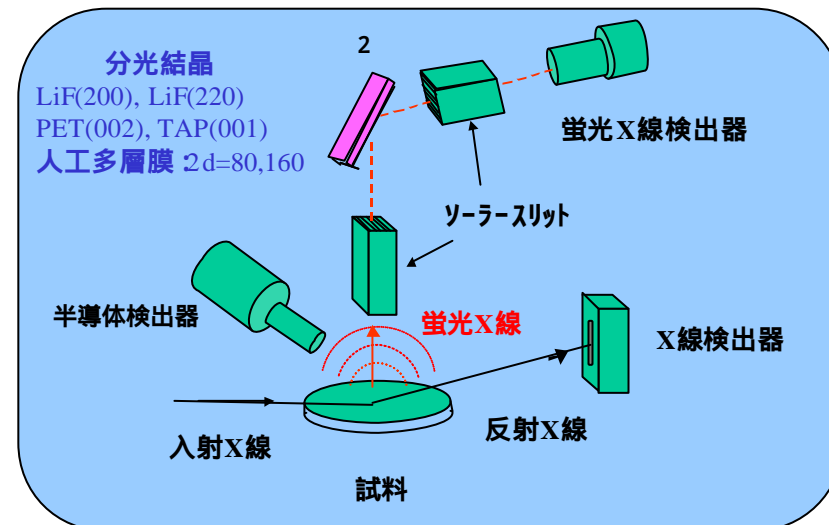
- **高計数率**
  - > 測定時間の短縮
- **高分解能**
  - > SSDと同等
- **ペルチェ冷却**
  - > 液体窒素不要
- **小型、軽量**
  - > 試料に近付ける事が可能



# 実験

- アンジュレ-死'-ムラインBL16XUで、BM-BLの10 - 100倍と高フラックスで高輝度な放射光を利用、産業専用BL共同体開発の放射光TXRF装置を使用。
- **SDD**、Ge-SSDの両半導体検出器が利用可能。
- 波長分散検出器は6枚の分光結晶を持ち、測定元素はB ~ Uまでの全元素を加'-、随時結晶を交換し測定可能。
- 測定室は真空雰囲気、  
軽元素分析が可能。
  - 試料台は、市販のTXRF用を使用、1000分の1度以下の精度で駆動が可能。精密な斜入射測定を行う事が出来る。30cmウエル迄、装着可。
  - 試料導入は、クラス1000のクリーンブース中、試料導入室を介して行い、試料の表面汚染を極力防止。
  - **試料**：Dip法で作成、数種の遷移金属等を含む。濃度は実験室系TXRFで決定。

放射光全反射蛍光X線分析装置



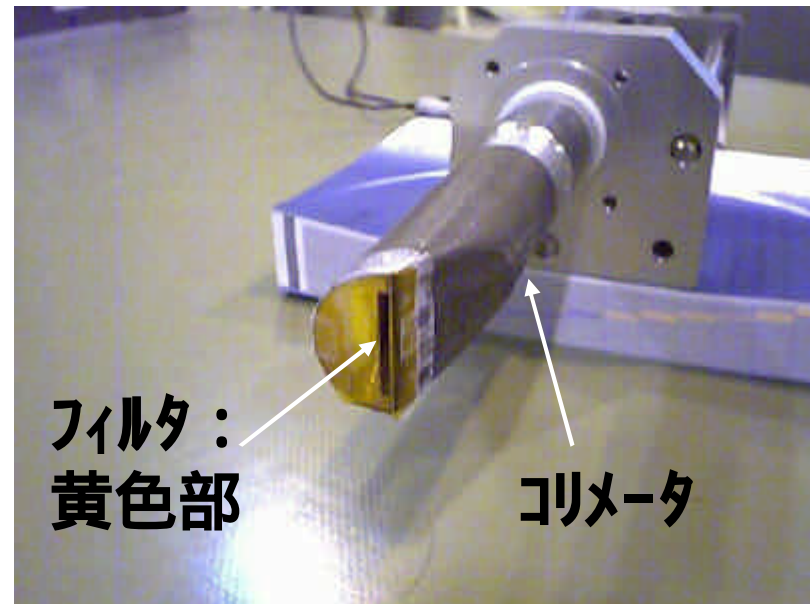
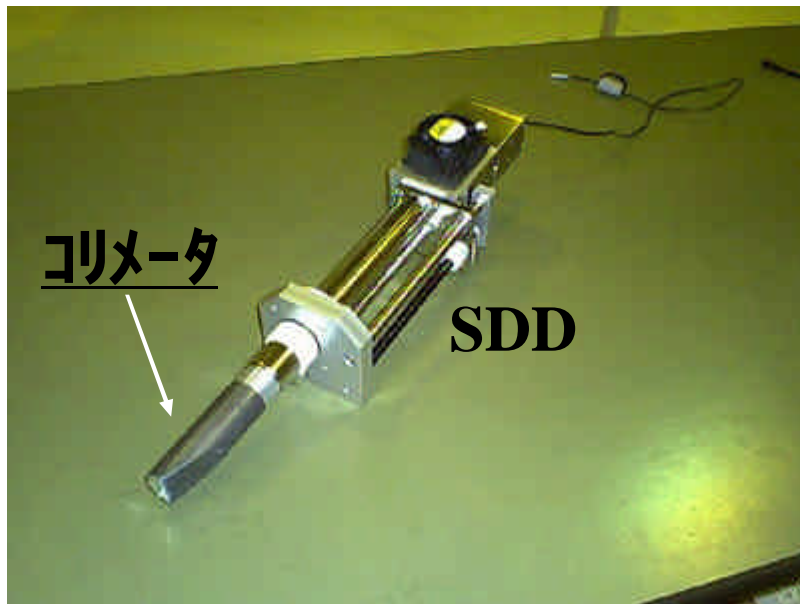
# 検討項目

## —SDDとSSDの比較—

- CuKa計数率 :SDD、Ge-SSD
- 微量元素検出下限の比較
- 感度係数 :Mn~ Ag
- コリメータ :検出下限への影響と視野確認
- フィルタの検出下限への影響
- 検出器、試料間距離の影響
- Shaping time条件の影響

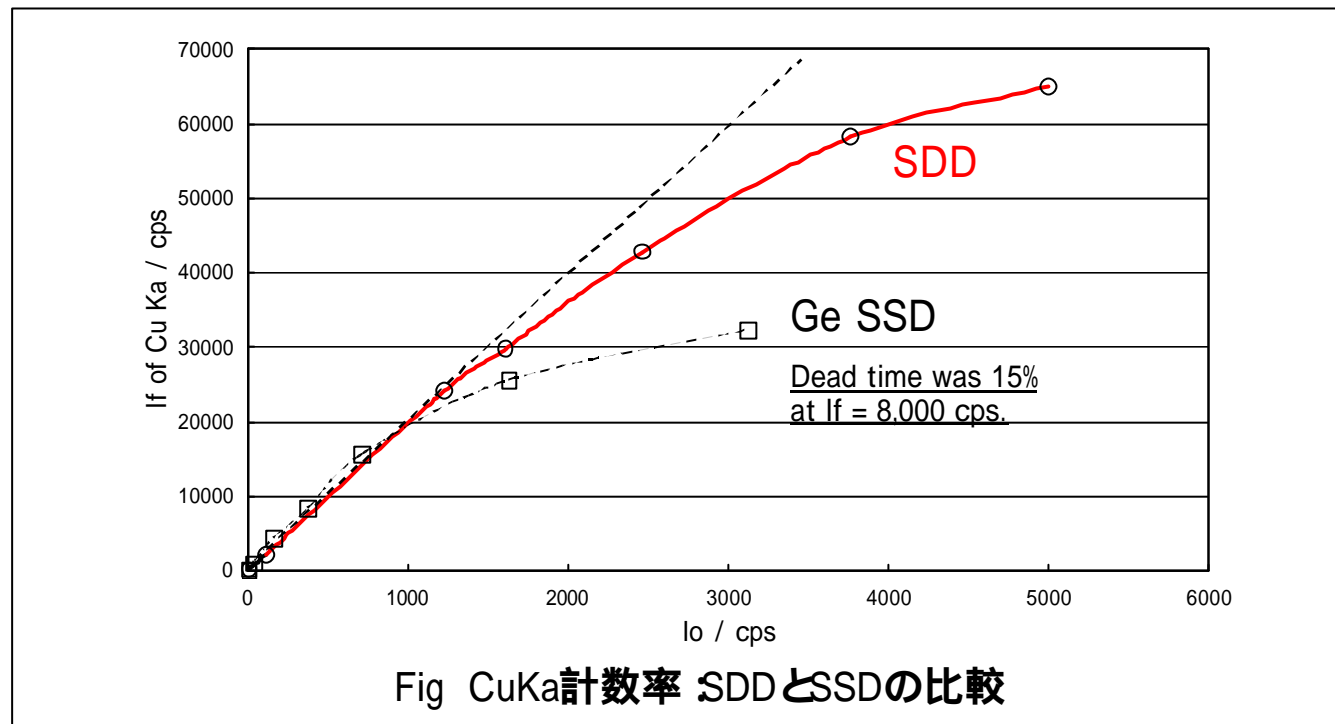


# コリメータとフィルタの写真



フィルタ (+コリメータ) :Kapton 50  $\mu$  m

# CuKa計数率 SDDとSSDの比較

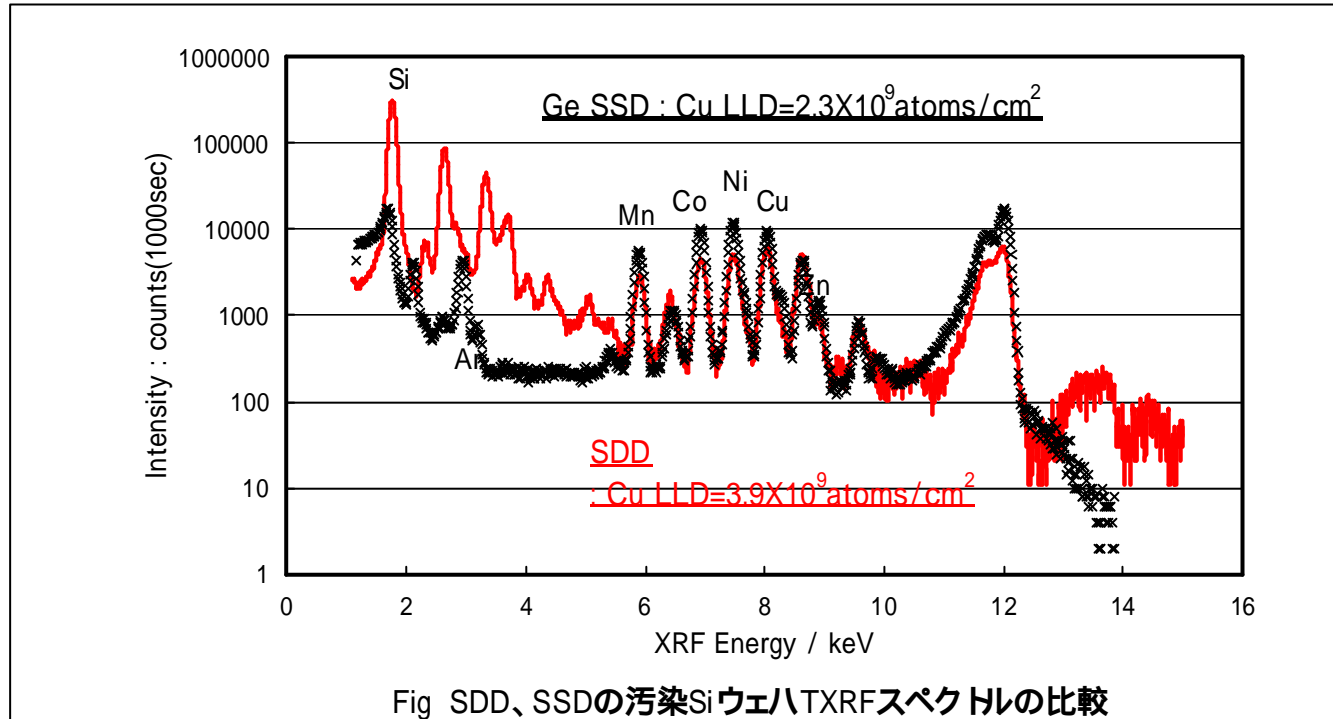


- SDDは4~5万cps程度までリニア
- Ge-SSDは8千cps程度でデッドタイムが15%



# 微量元素TXRFスペクトル SDDとSSDの比較

—4E11 Mn,Co,Ni,Cu on Si—



- SDD検出限界は $10^9$ atoms/cm<sup>2</sup>オーダ、SSDとほぼ同等

# 感度係数 : Mn ~ Ag

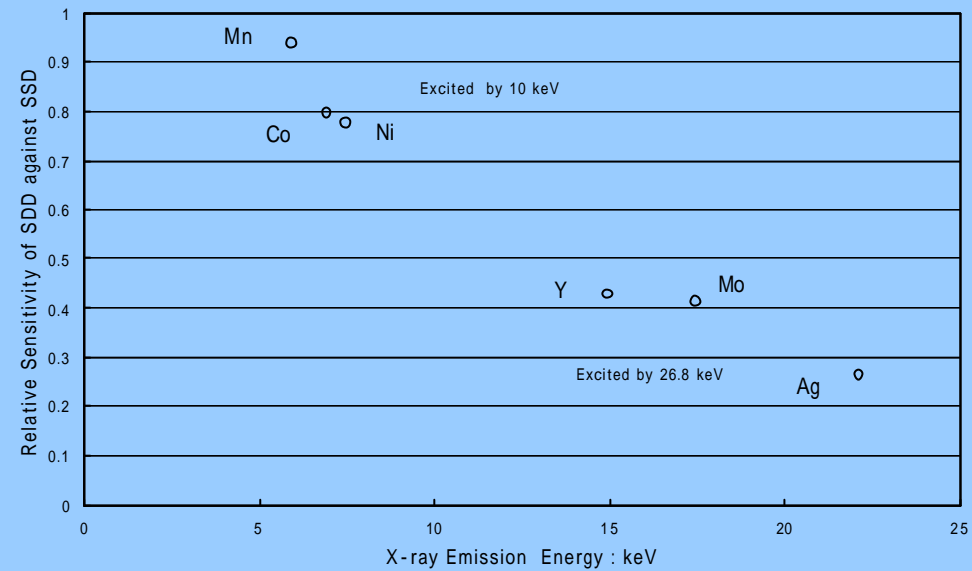
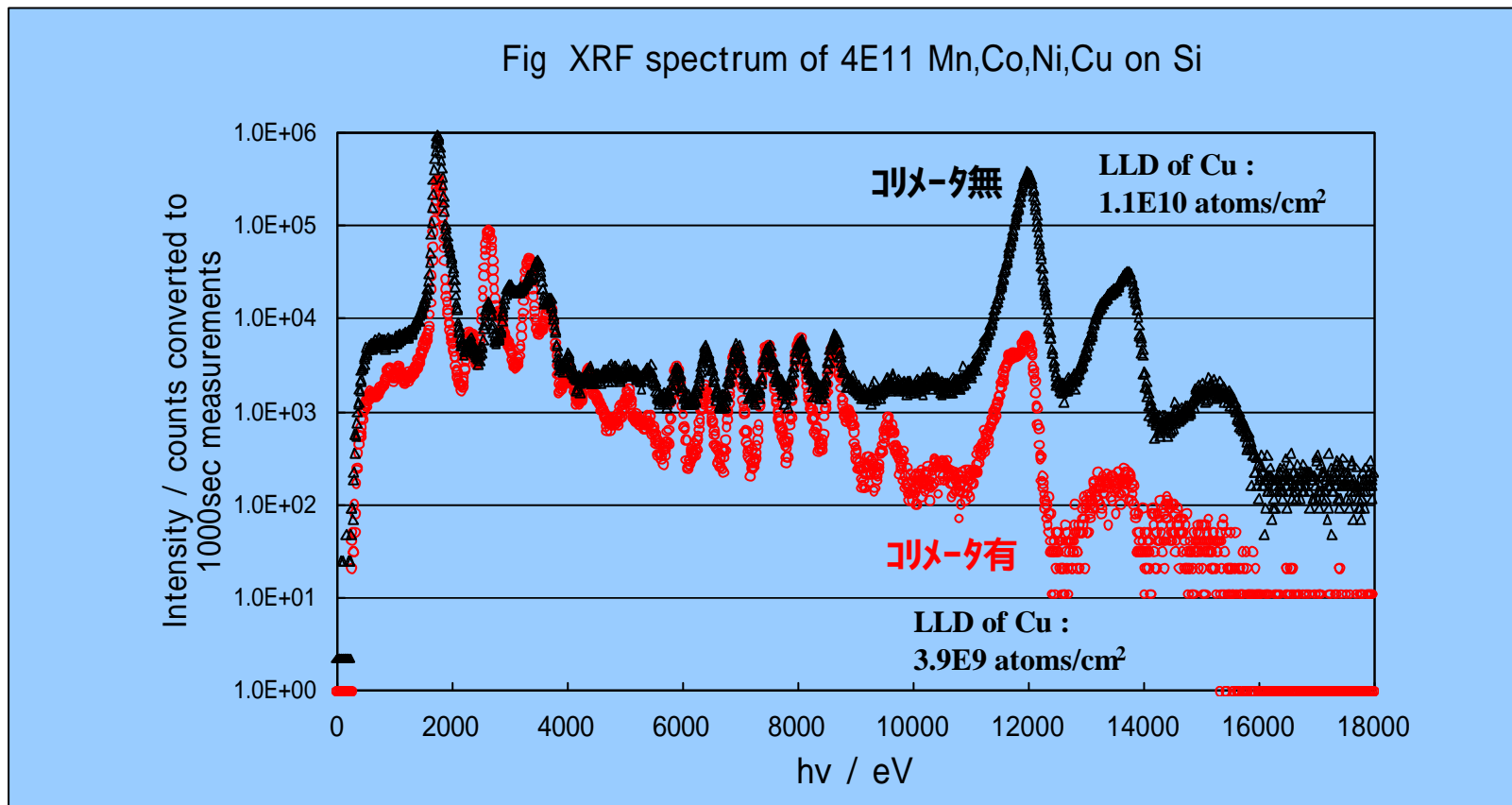


Fig. Relative Sensitivity of SDD against SSD

- Co, Ni ( ~7keV ) で20%程度の減少
- Y, Mo, Ag ( 15 ~ 22keV ) で60 ~ 70%の減少

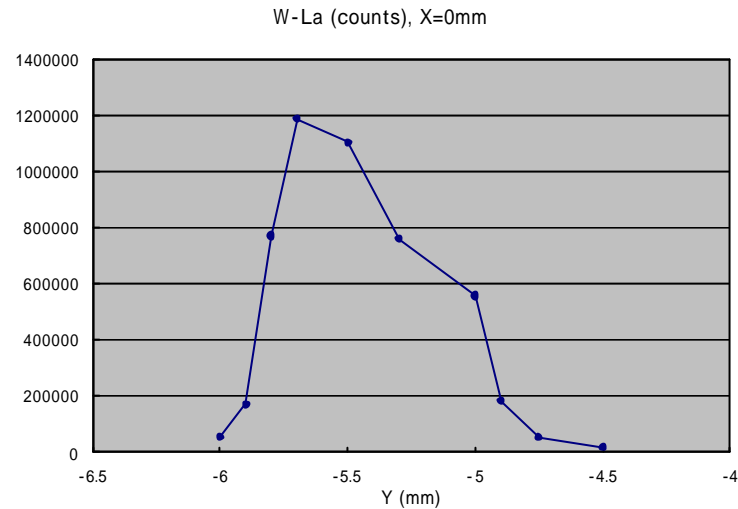
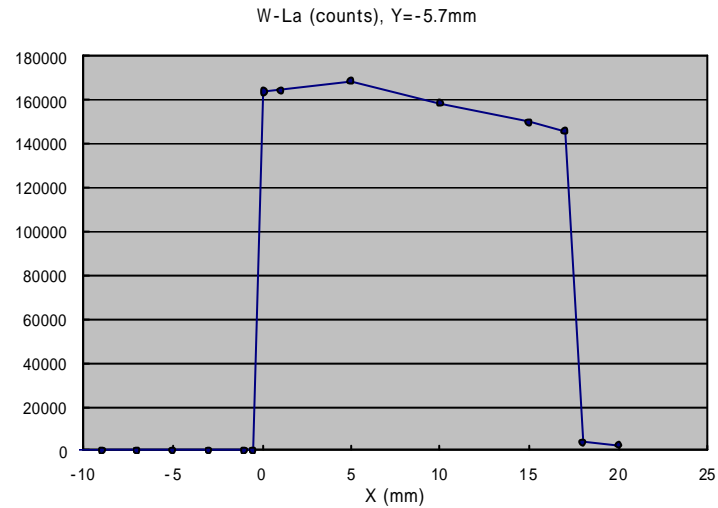
# XRFスペクトルへのコリメータの効果



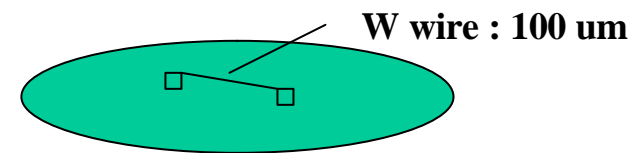
・コリメータによる、散乱線強度の著しい減少、及び、散乱線に起因するBGの顕著な減少が認められる。

・汚染元素ピーク強度の減少は殆ど認められず、LLDの低下が顕著

# コリメータ視野の確認



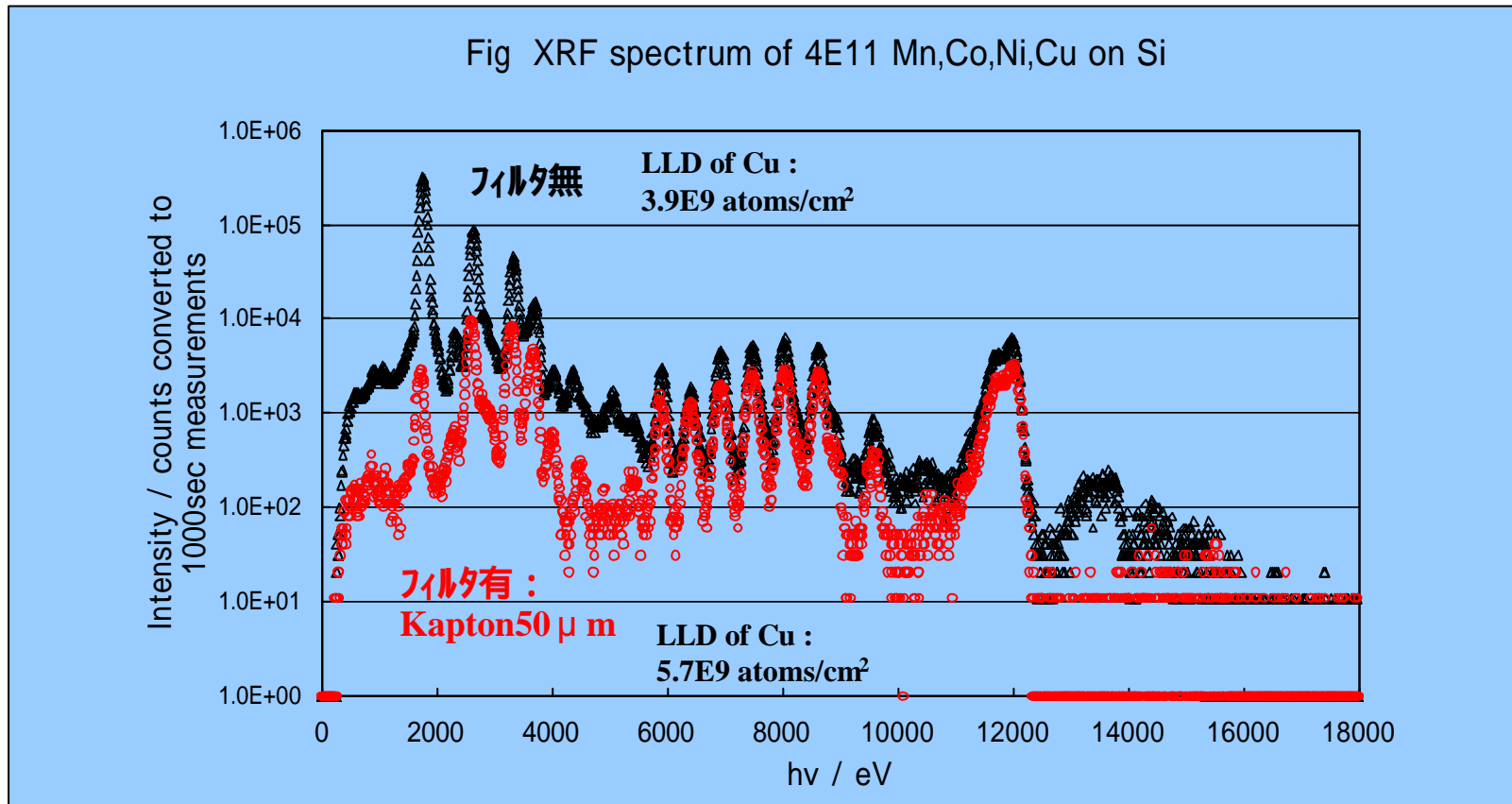
- X方向 (X=0 ~ 17で検出  
(検出幅17mm))
- Y方向 (光軸と垂直)は  
ビーム形状に対応



Si wafer

Fig. W wire on Si wafer

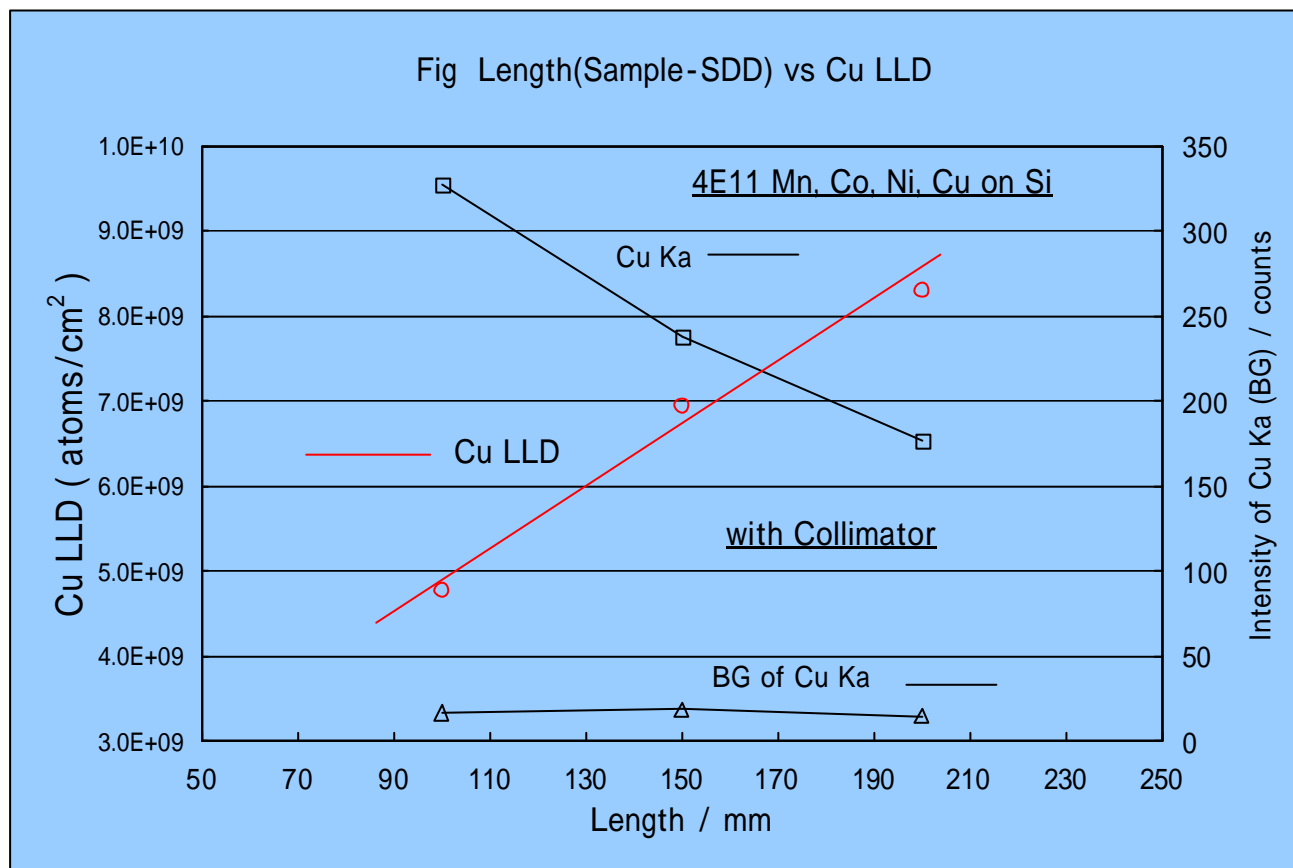
# XRFスペクトルへのフィルタの効果



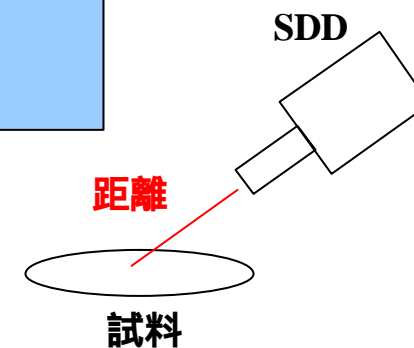
・カプトンフィルタによる、軽元素、特に基板のSi強度の著しい減少、及び、全般的なBGの減少が認められる。

・汚染元素強度の減少が若干認められ、LLDがわずかに増加。

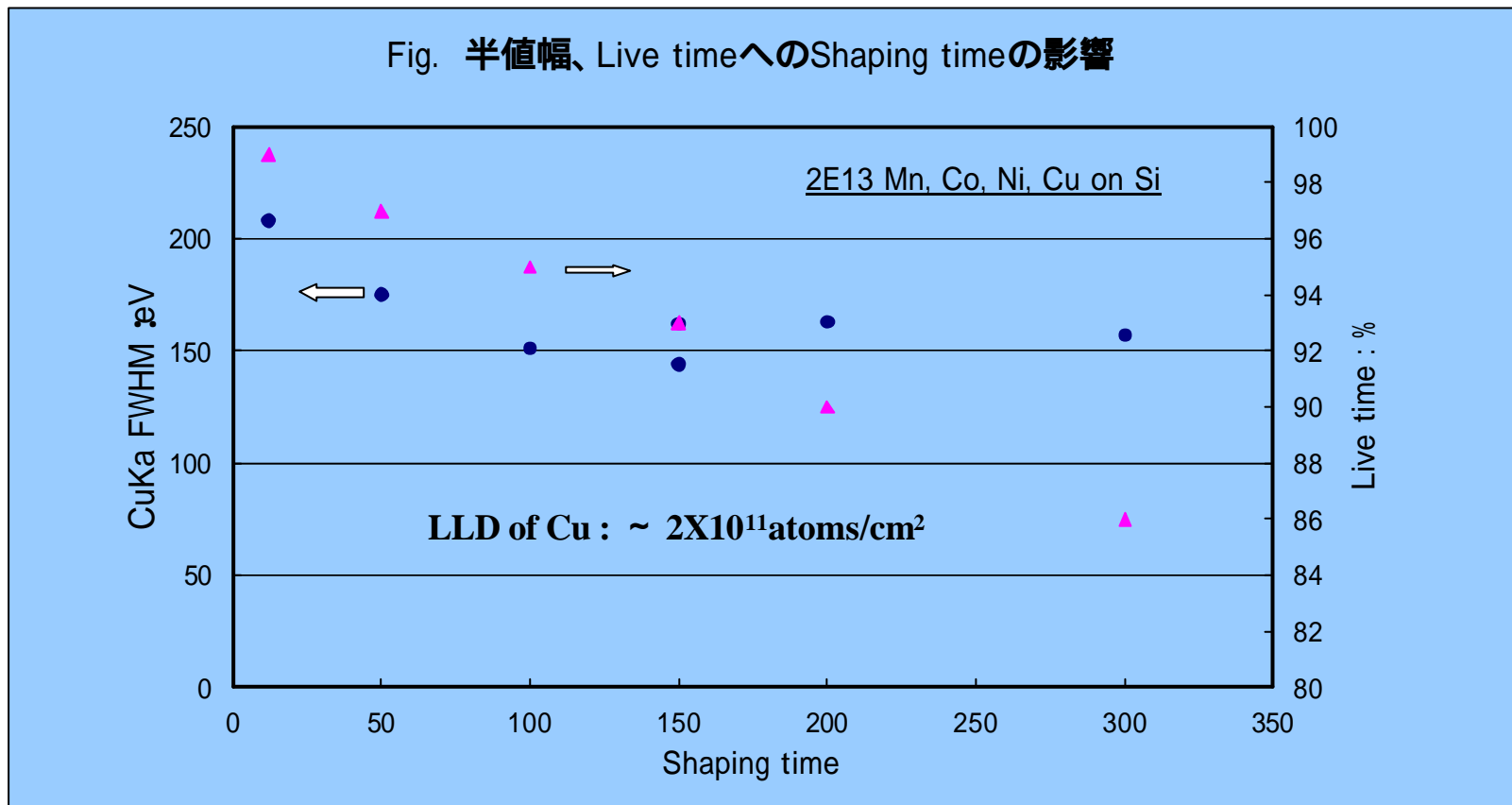
# 検出器、試料間距離のLLDへの影響



- 検出器、試料間距離を近づけると、ピーク強度が増加し、LLDが小さくなる。



# FWHM, Live timeへのShaping timeの影響



◆ Shaping timeが100以上はFWHMはほぼ一定

◆ Shaping timeに対し、Live timeは単調に減少、

最適なShaping time条件は100 ~ 200



# まとめと今後の課題

- SDDは $10^9$ atoms/cm<sup>2</sup>オーダーのSSDとほぼ同等の検出限界が得られる。SDDは、SSDに比較し、高計数率で飽和しにくく、入射X線強度に対し半桁以上の利得が期待できる。TXRFでは、積分強度の主要部分を散乱線と基板の強度が占める。コリメータで散乱線の、フィルタで基板の強度を減少させ、検出限界を低下させることが可能である。
- 現状のセッティングでは、SDDは飽和に達していない。更なる検出限界向上の為、蛍光X線強度の増大が必要と考えられる。具体的には、以下の方法が考えられる。1)素子面積の増大(5mm<sup>2</sup>から10mm<sup>2</sup>へ)、2)単素子SDDから多素子SDDへ、3)検出器、試料間距離の短縮、4)入射X線強度の増強(BL40XU)
- SDDの課題(SSDと比較)として、以下がある。1)素子面積が小さい(感度)、2)Si素子である、素子厚が薄い(重元素の感度)、3)複雑な素子構造(S/B比)