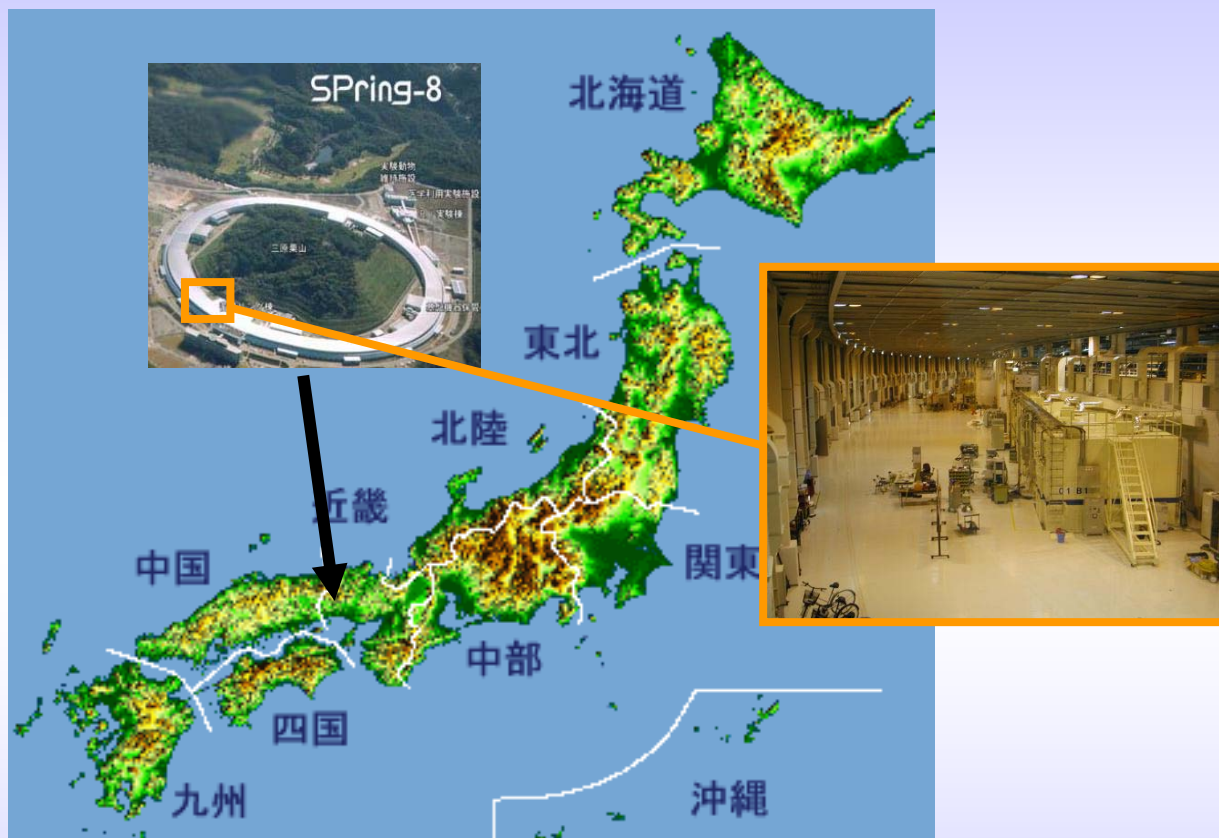


『Spring-8における材料評価の実際』

高輝度光科学研究センター 産業利用推進室
廣沢一郎

SPring-8の位置

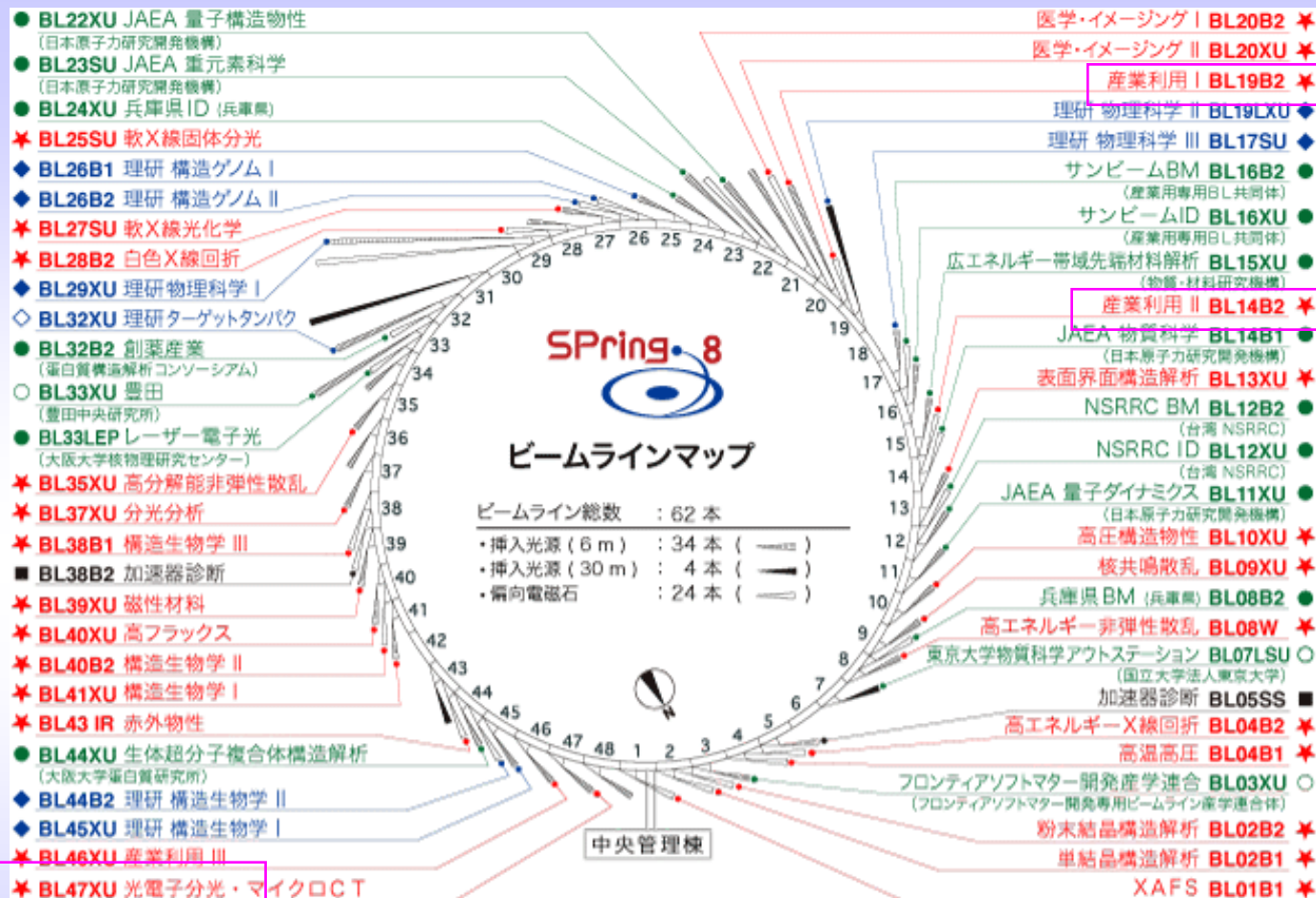
兵庫県西部(西播磨) 山陽新幹線相生駅より バス35-40分



大型放射光施設 (高輝度なX線源)
 高輝度なX線を用いた研究、分析

SPring-8のビームライン

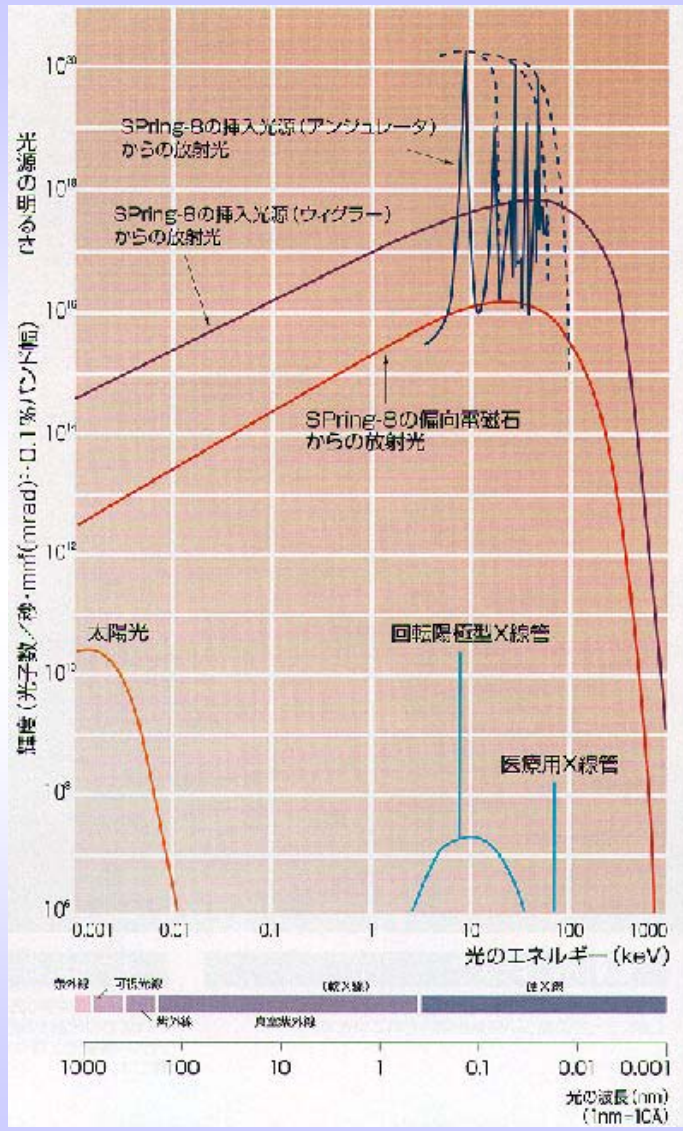
共用BL26本稼動中



- | | | |
|-----------------|--------------------|--------------|
| BL : ビームライン | IR : 赤外光 | ★ : 共用ビームライン |
| B1, B2 : 偏向電磁石 | LEP : レーザー電子光 | |
| XU : X線アンジュレータ | LXU : 長尺X線アンジュレータ | ● : 専用ビームライン |
| SU : 軟X線アンジュレータ | LSU : 長尺軟X線アンジュレータ | ◆ : 理研ビームライン |
| W : ウィグラー | SS : 直線部 | ■ : 加速器診断 |

SPring-8の放射光の特徴

高エネルギー & 高輝度



高エネルギー

物質の透過能高い
 重元素の吸収端を励起

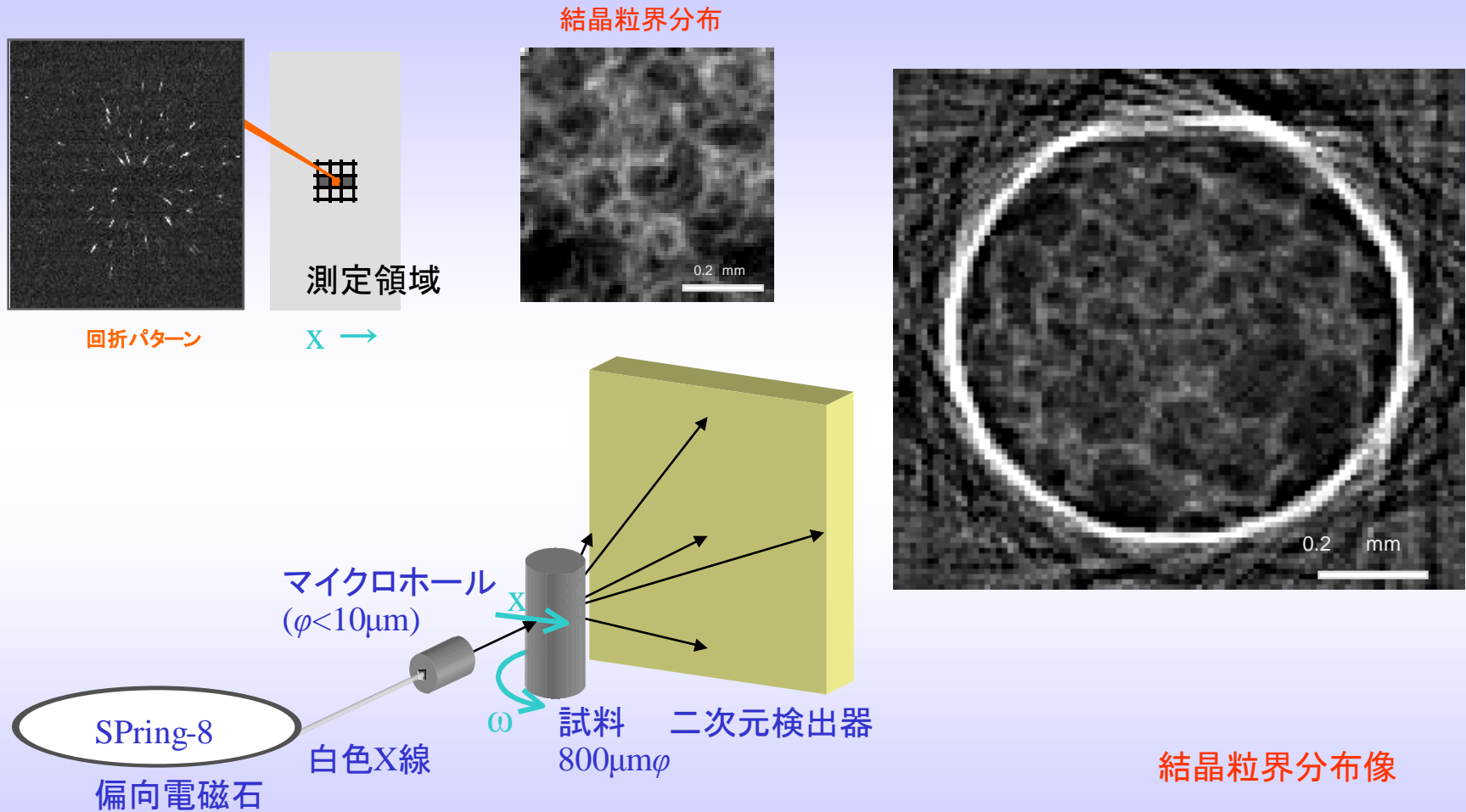
高輝度

平行性高い (高い角度分解能)
 明るい
 (微小域、微量、希薄、短時間測定)

高エネルギーX線の利用例(1)

鋼鉄丸棒内の結晶粒界観察

高エネルギーX線の透過性を利用して深部の知見を得る



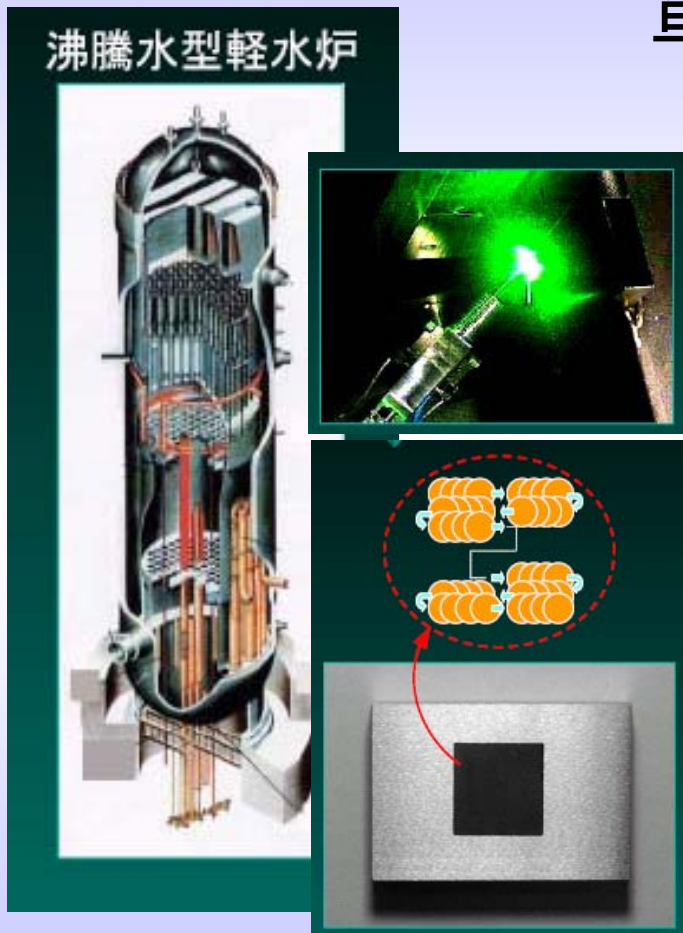
50KeV以上のX線回折 (BL28B2)

高エネルギーX線の利用例(2)

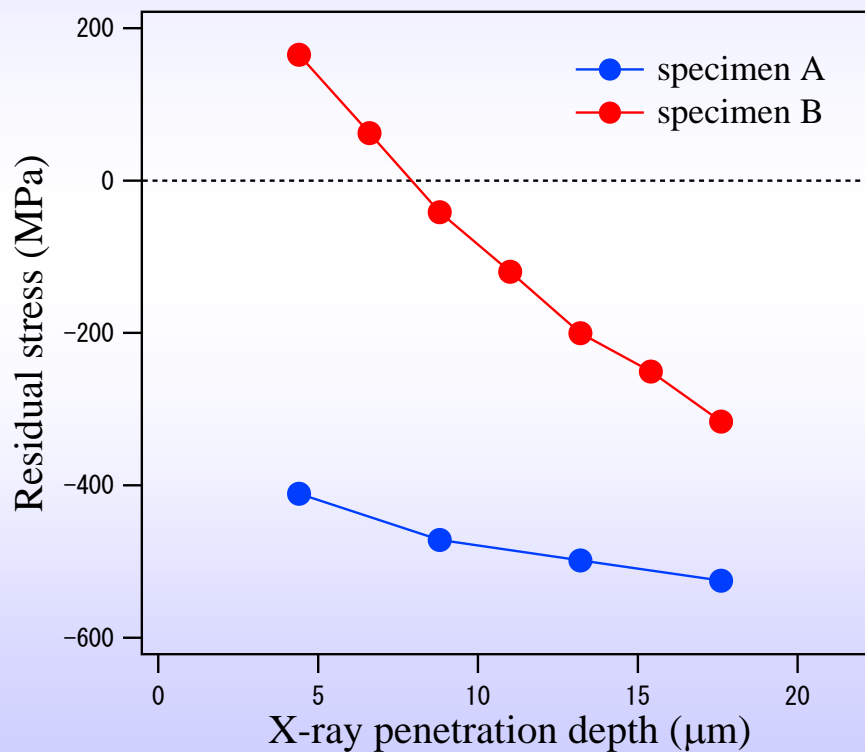
原子炉隔壁ピーニング処理部の残留応力

高エネルギーX線の透過性を利用して深部の知見を得る

単色30KeVでのX線回折 (BL19B2)



処理方法による残留応力深さ分布の違い



高エネルギーX線の利用例(3)

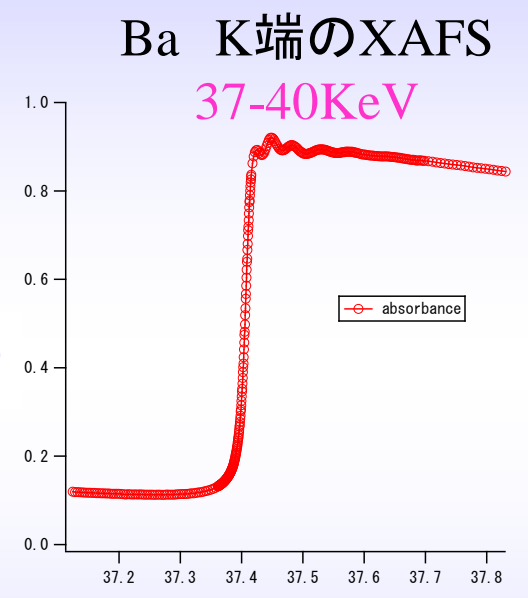
重元素のXAFS

重元素のK吸収端測定が可能

元素の周期表

	1A	2A	3A	4A	5A	6A	7A	8	1B	2B	3B	4B	5B	6B	7B	0		
1	H															He		
2	Li	Be								B	C	N	O	F		Ne		
3	Na	Mg								Al	Si	P	S	Cl		Ar		
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
6	Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
7	Fr	Ra	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	

周期表の注釈: 4行目から6行目までの元素は「K端」の測定対象として示されています。6行目のBaとLaは「L端」の測定対象として示されています。



例: BaTiO3では
BaのL端とTiのK端が近いため
K端での測定が有利

測定対象が広い

高輝度X線の利用例(1)

高分解能粉末X線回折

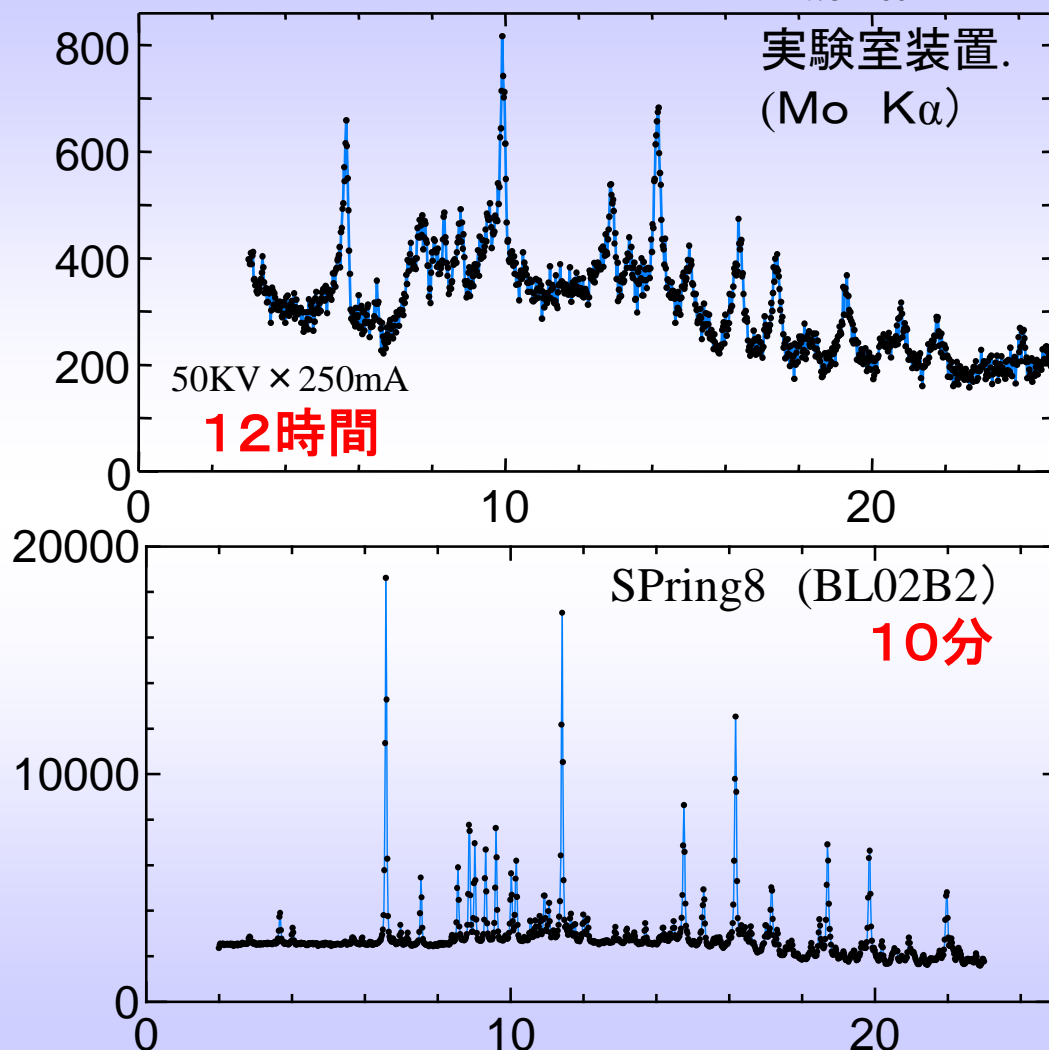
短時間で高精度の
粉末X線回折が可能

異常分散効果により
元素選択性が向上

7-35KeV
(Fe - Ba)

更なる高効率測定に向けて
自動試料交換装置開発中
(09年度より本格稼動、BL19B2)

同一試料での比較 ($\text{Yb}_{2.75}\text{C}_{60}$)

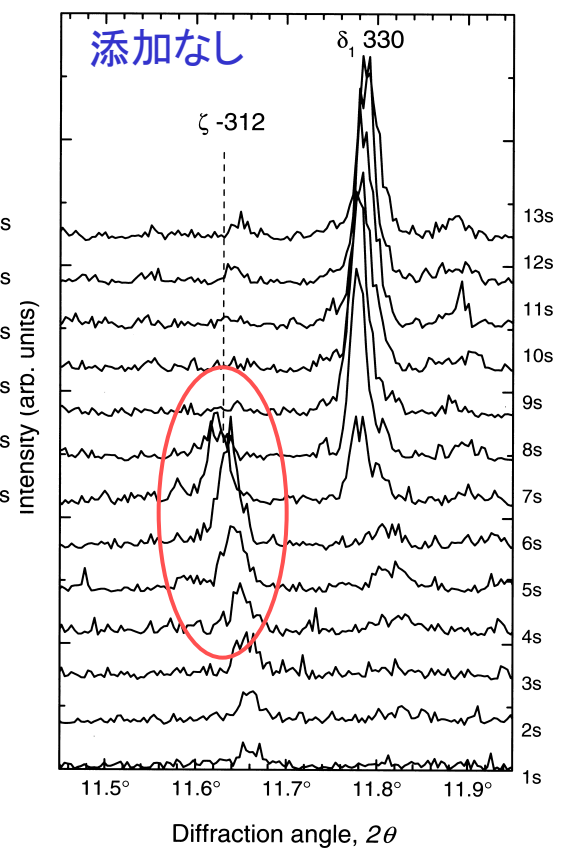
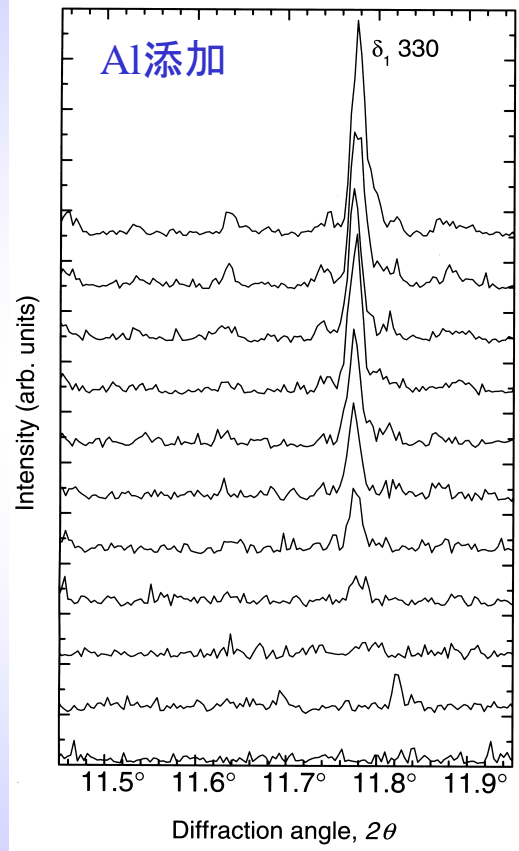
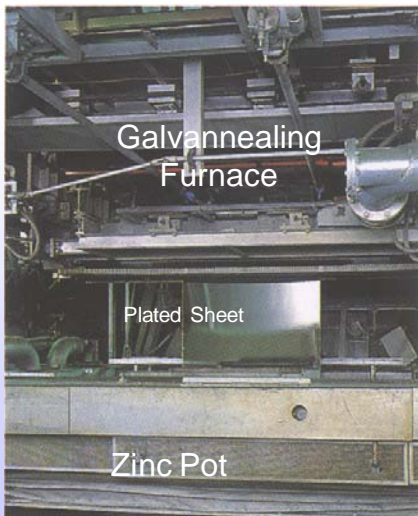
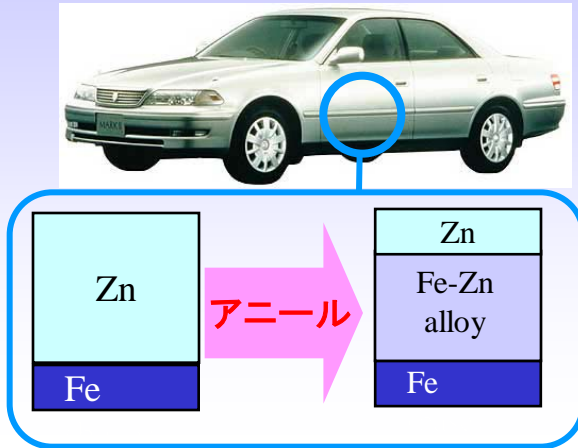


高輝度X線の利用例(2)

時分割測定：亜鉛鍍金合金化過程のその場観察

高輝度X線回折によるその場観察(時分割)測定

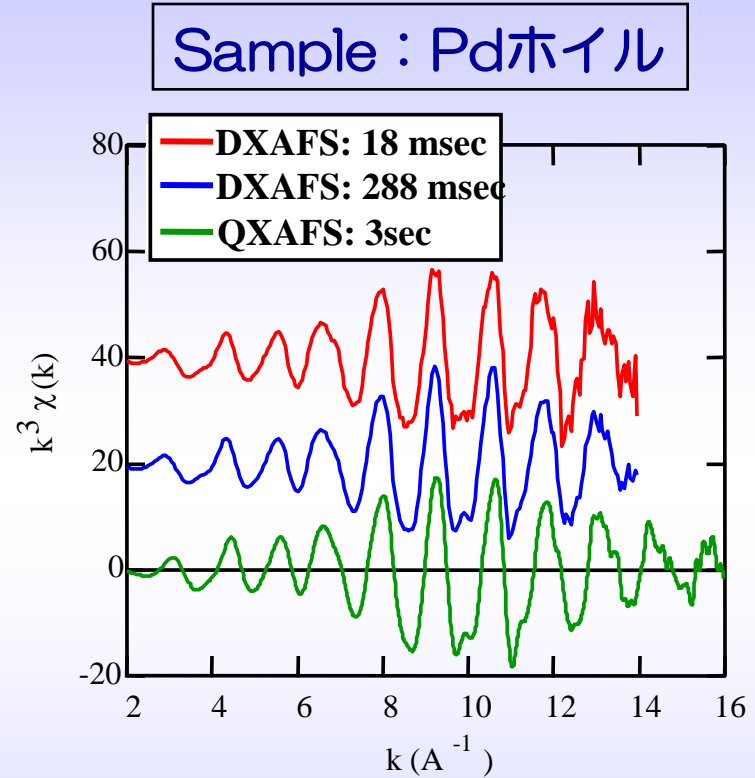
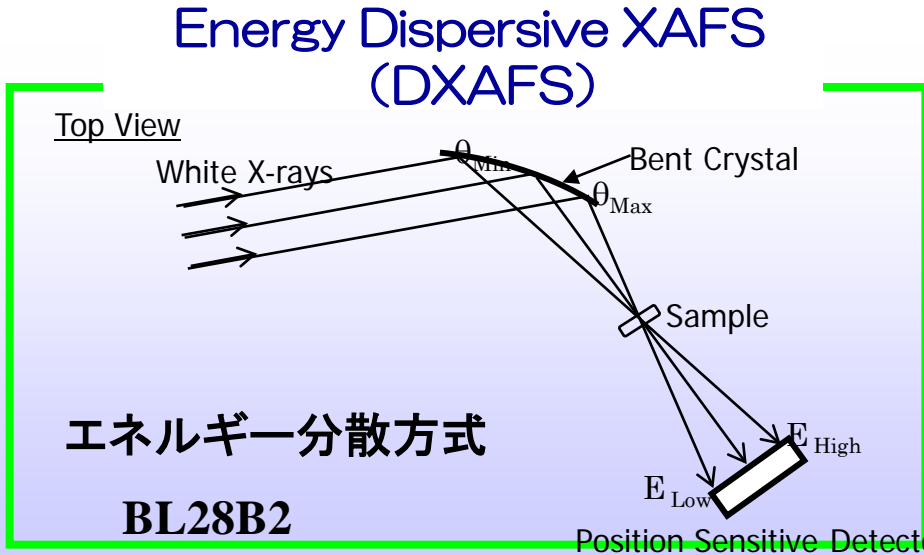
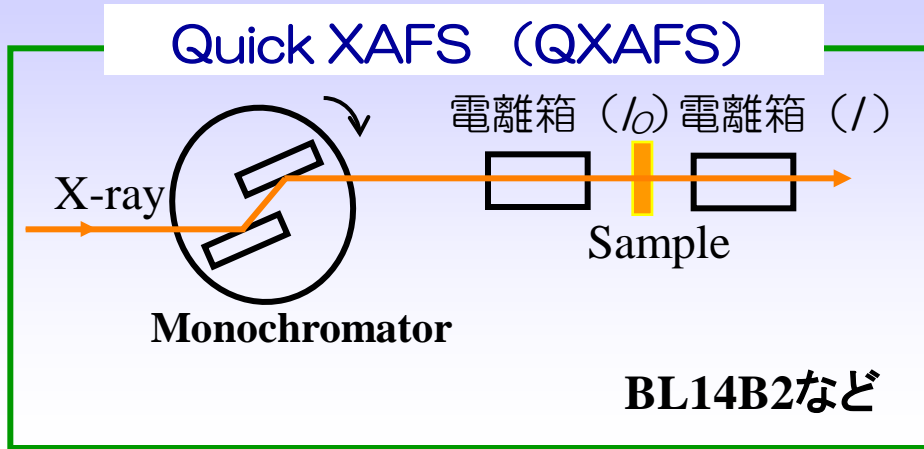
添加金属の合金化への影響 (BL19B2)



高輝度X線の利用例(3)

その場観察を目指した高速なXAFS測定

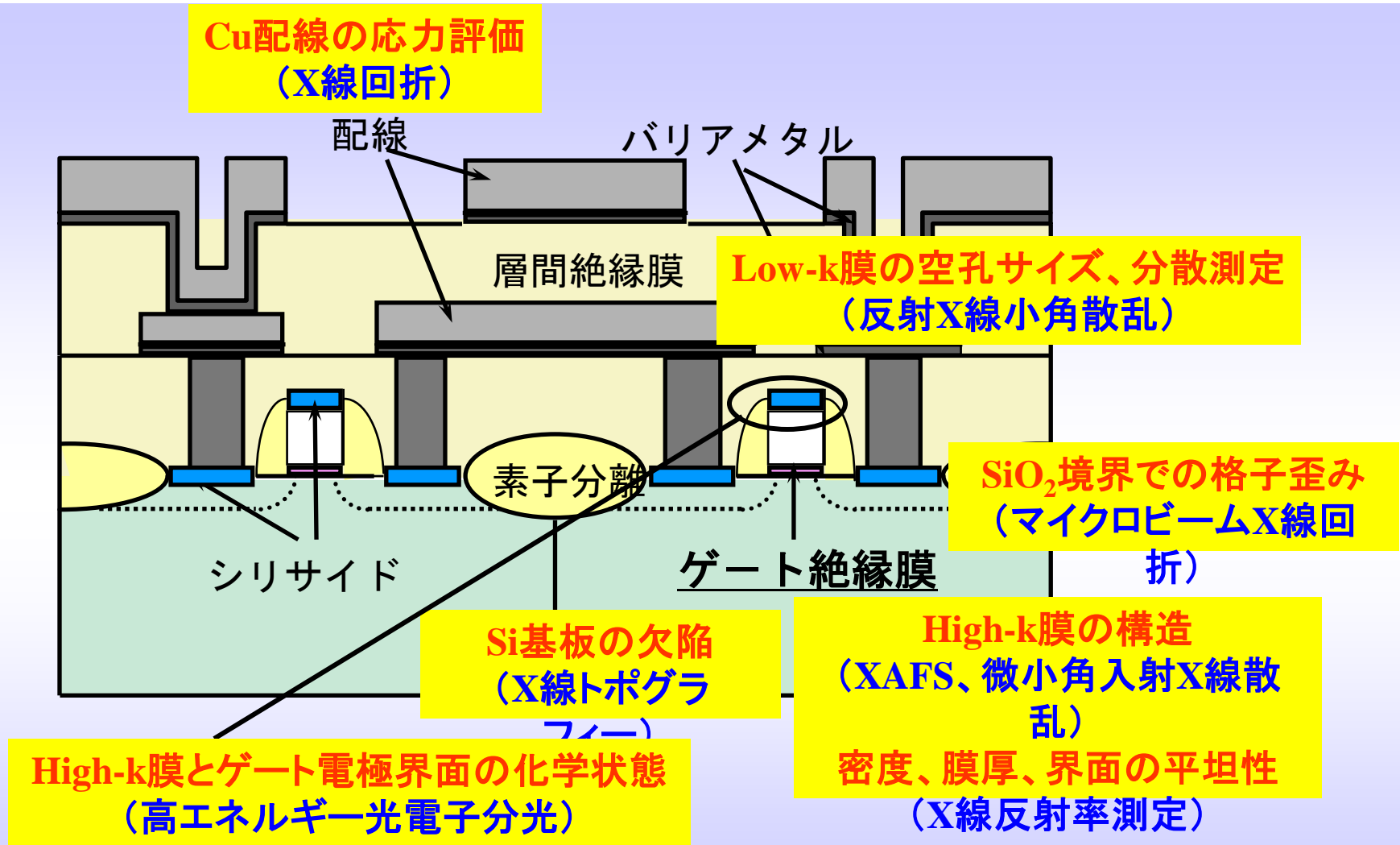
高輝度X線によるその場観察(時分割)測定



ガス雰囲気下での
In-situ測定にも対応

LSIでの放射光利用

SPring-8での利用事例

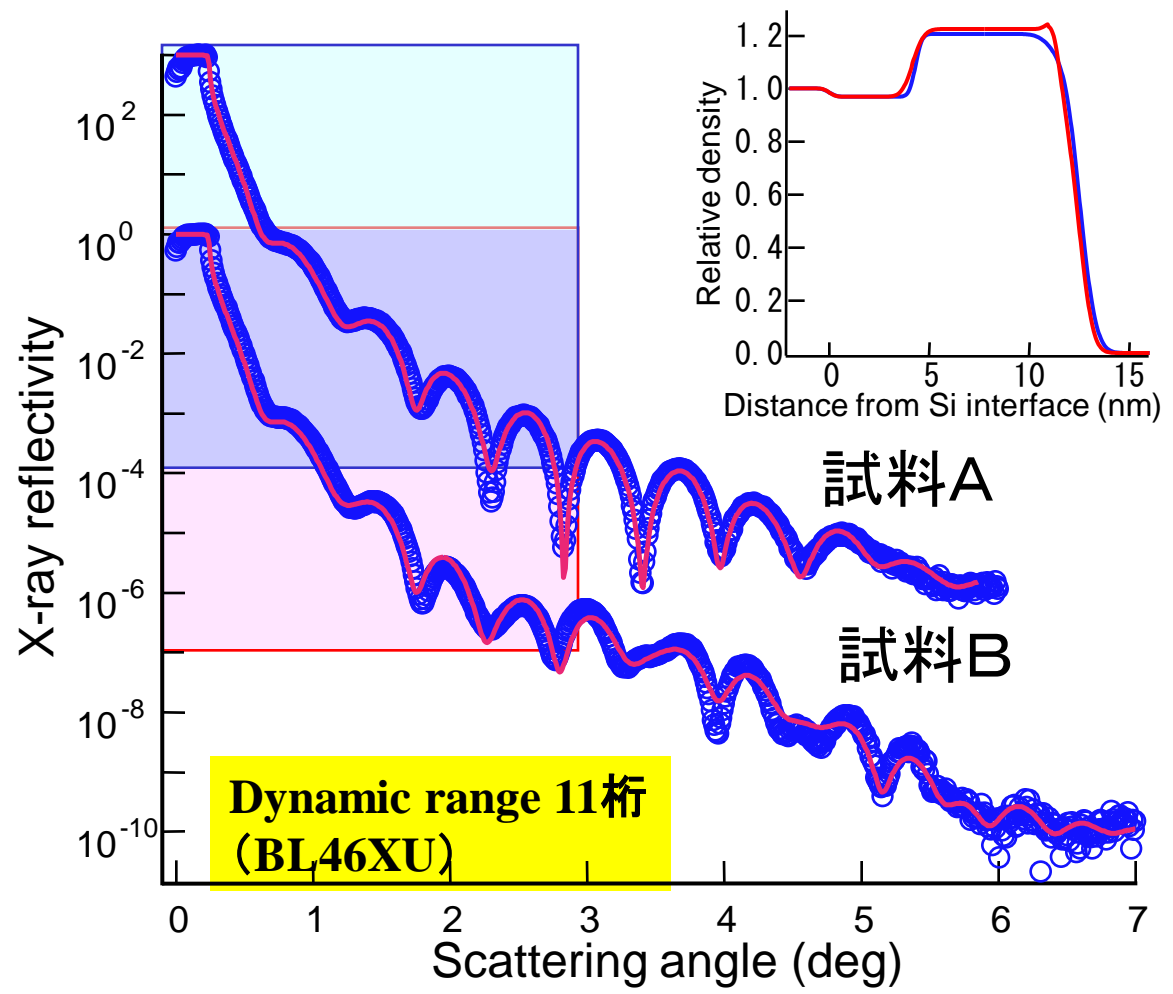
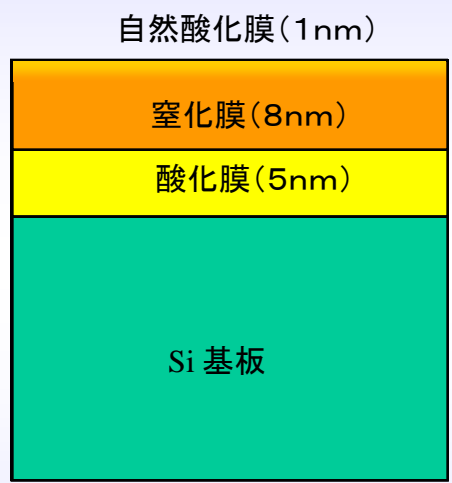


高輝度・高エネルギーの特徴を活かした利用

LSIでの放射光利用(1)

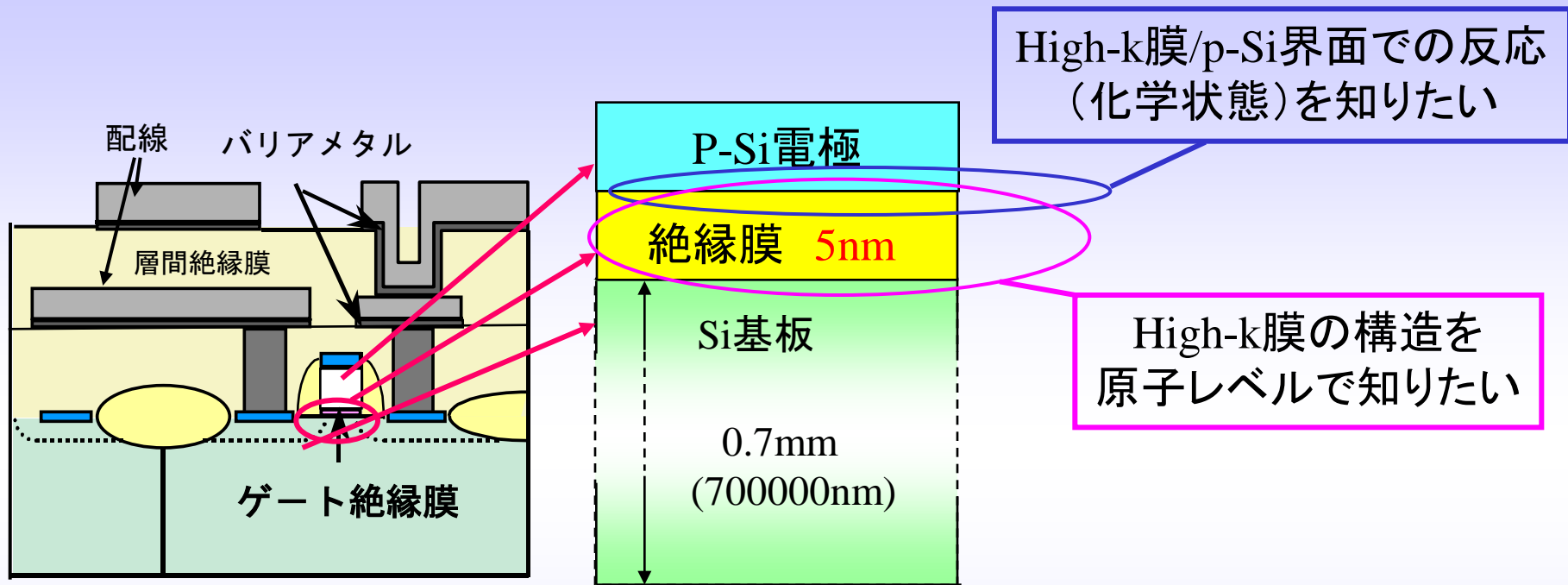
酸窒化膜のX線反射率測定: 高輝度光による測定

特性の異なるCVDで形成したLSI用酸窒化膜の評価



LSIでの放射光利用(2, 3)

High-k ゲート絶縁膜の界面状態と膜構造

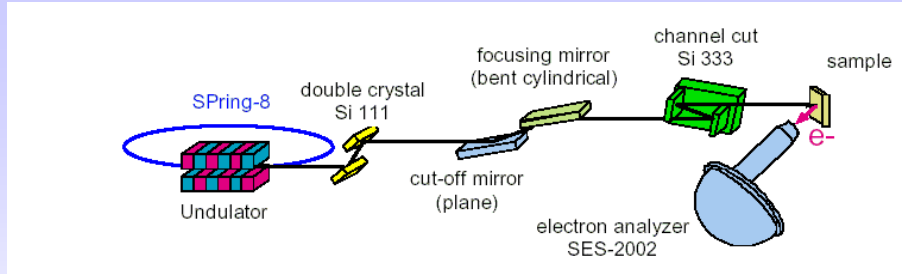


化学状態 : XPS 表面敏感な分析法(埋もれた界面は困難)

構造(非晶質): EXAFS 近接原子のみを観測(最近接は酸素、組成の違い見えず)

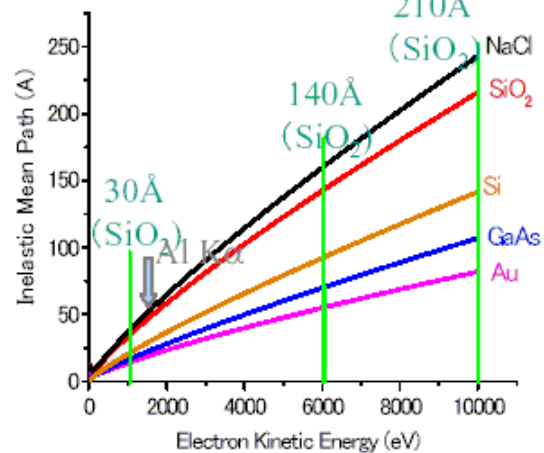
LSIでの放射光利用(2)

高エネルギー光電子分光: 高輝度硬X線の活用



$$E_{\text{kin}} = h\nu - \phi_B$$

光電子脱出深度のX線エネルギー依存



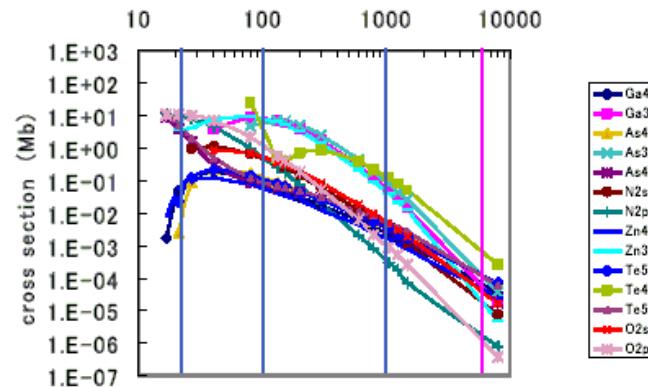
X線エネルギーが高い

光電子の運動エネルギーが高い

脱出深さが大きい

物質深部の情報を得る

光イオン化断面積のX線エネルギー依存

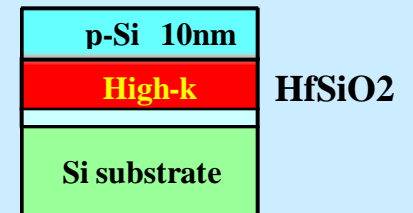


X線エネルギーが高い

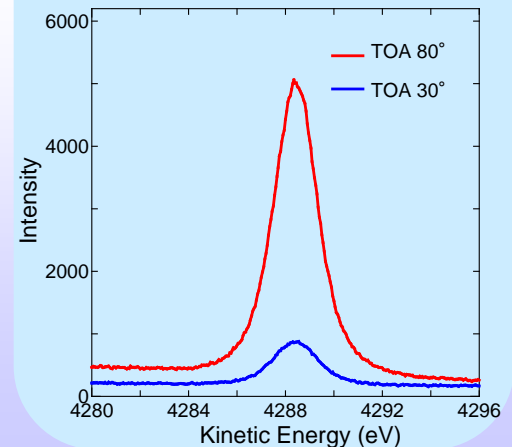
光電子の発生が少ない

高輝度光源で克服

10nm下を観測



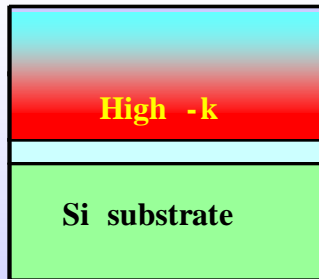
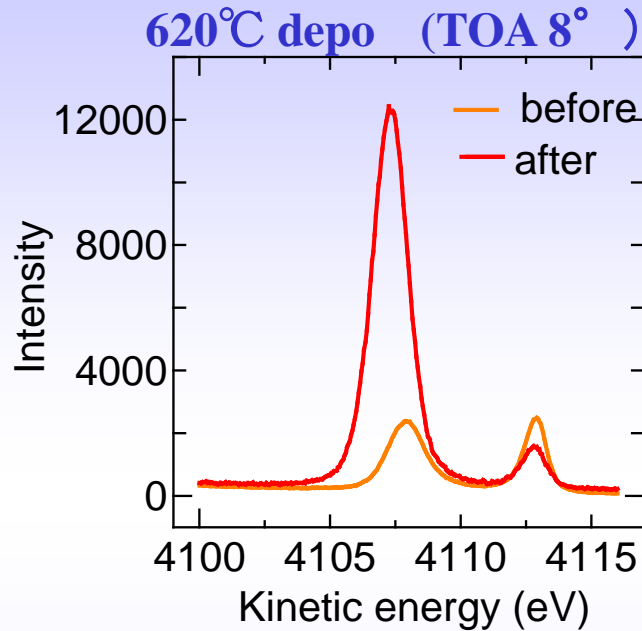
Hf 3d スペクトル



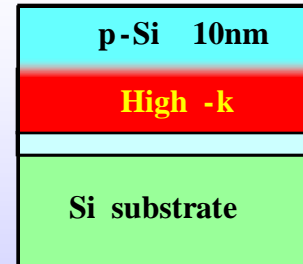
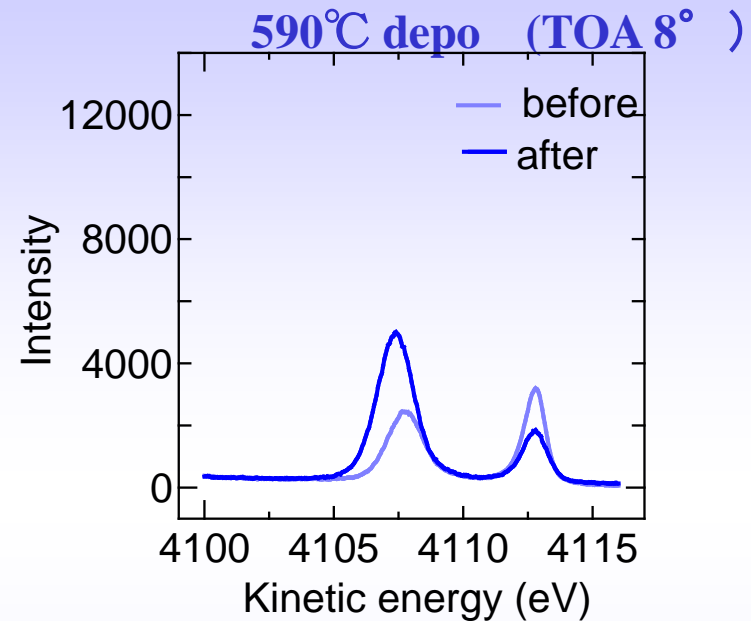
LSIでの放射光利用(2)

高エネルギー光電子分光による界面反応の検討

RTA(活性化処理)前後のSi 1Sスペクトルの変化



High-kからp-Siに酸素拡散
接合界面破壊



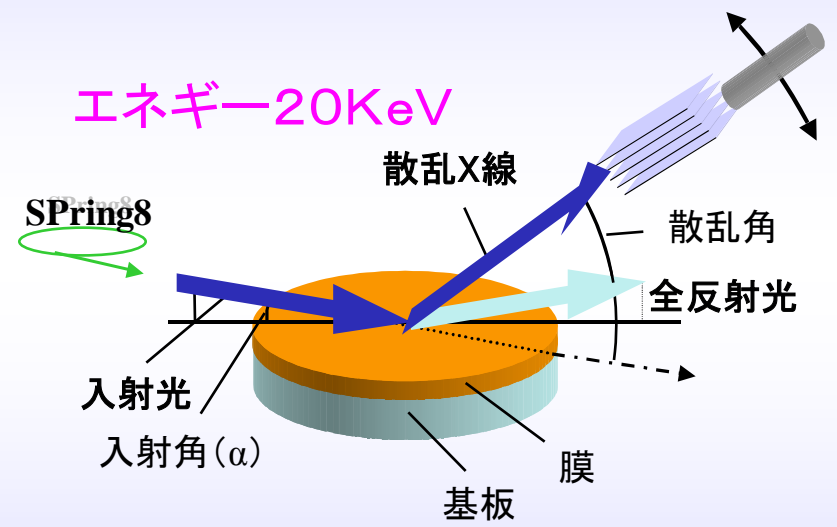
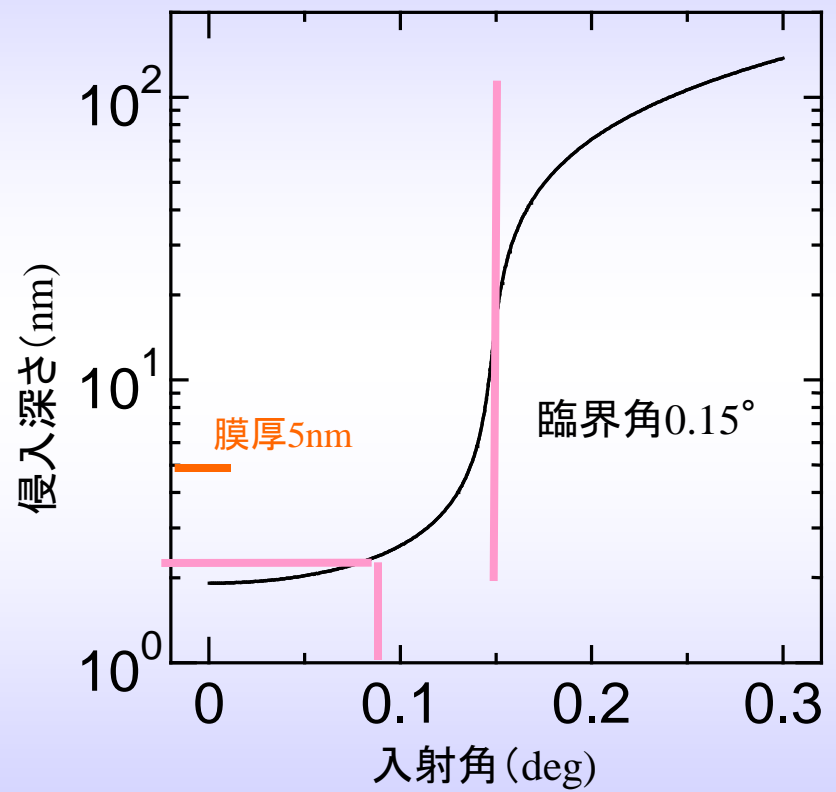
接合界面良好

LSIでの放射光利用(3)

GIXSによる非晶質薄膜評価：高輝度光による精密な入射角制御

入射角を臨界角未満にして、基板からの散乱を抑制

Hf_{0.74}Si_{0.26}O₂のX線侵入深さ



入射角0.08°

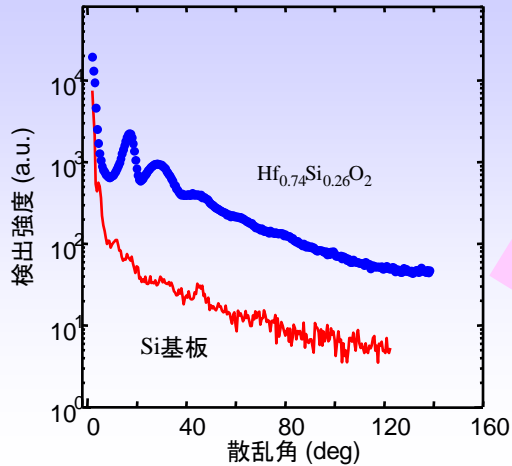
侵入深さ約2.2nm

電場強度総和 基板/膜 < 0.05

LSIでの放射光利用(3)

非晶質薄膜の構造検討: 高輝度・高エネルギーの活用

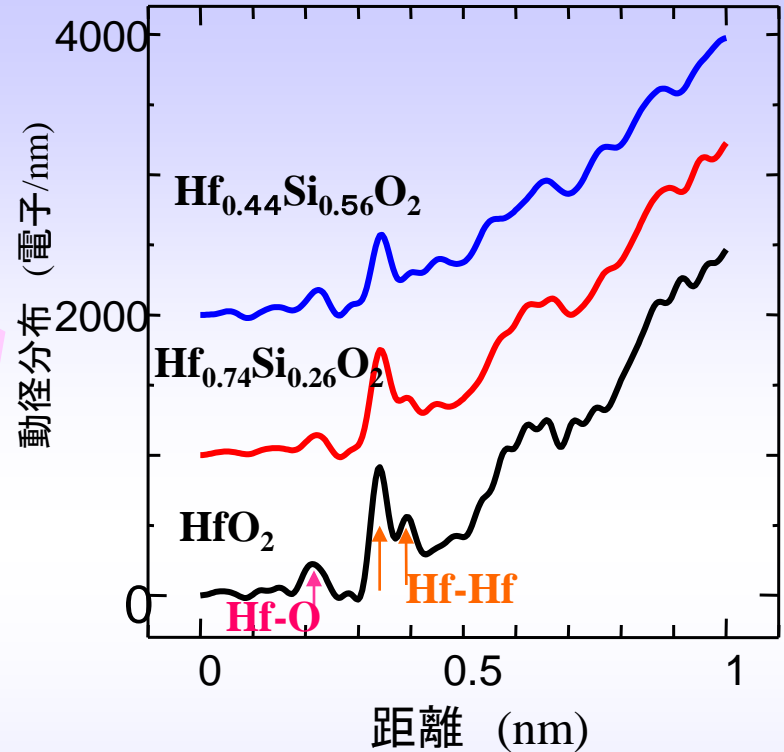
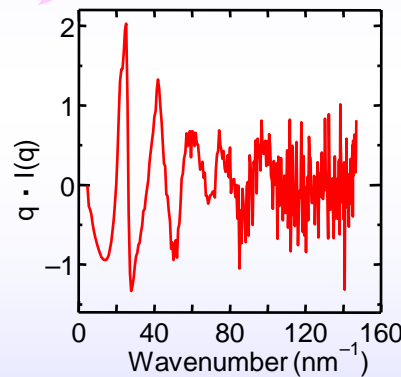
膜からの散乱を明瞭に観測



Si基板由来の散乱の抑制に成功

振動抽出

F.T



厚さ5nmのシリケート膜の構造の違いを観測
 (XAFSでは違いが不明瞭)

透明導電膜(IZO)、反射防止膜(SiO_x)、被覆膜(DLC)等にも適用



小はLSIから、大は構造材料まで
軟は化粧品から、硬は切削工具まで

幅広い産業分野で活用中、斬新な利用提案を歓迎

SPring-8を利用するには

成果非専有利用（一般課題、重点産業利用課題等）

利用料金無料（使用量に応じた消耗品代金が別途必要）

報告書提出必要

原則 年2回のテーマ募集と審査

（重点産業利用課題）

産業分野の利用促進が目的

学術的先進性よりも産業への寄与を重視した審査

年4回募集

成果専有利用

有料利用（8時間 48万円）

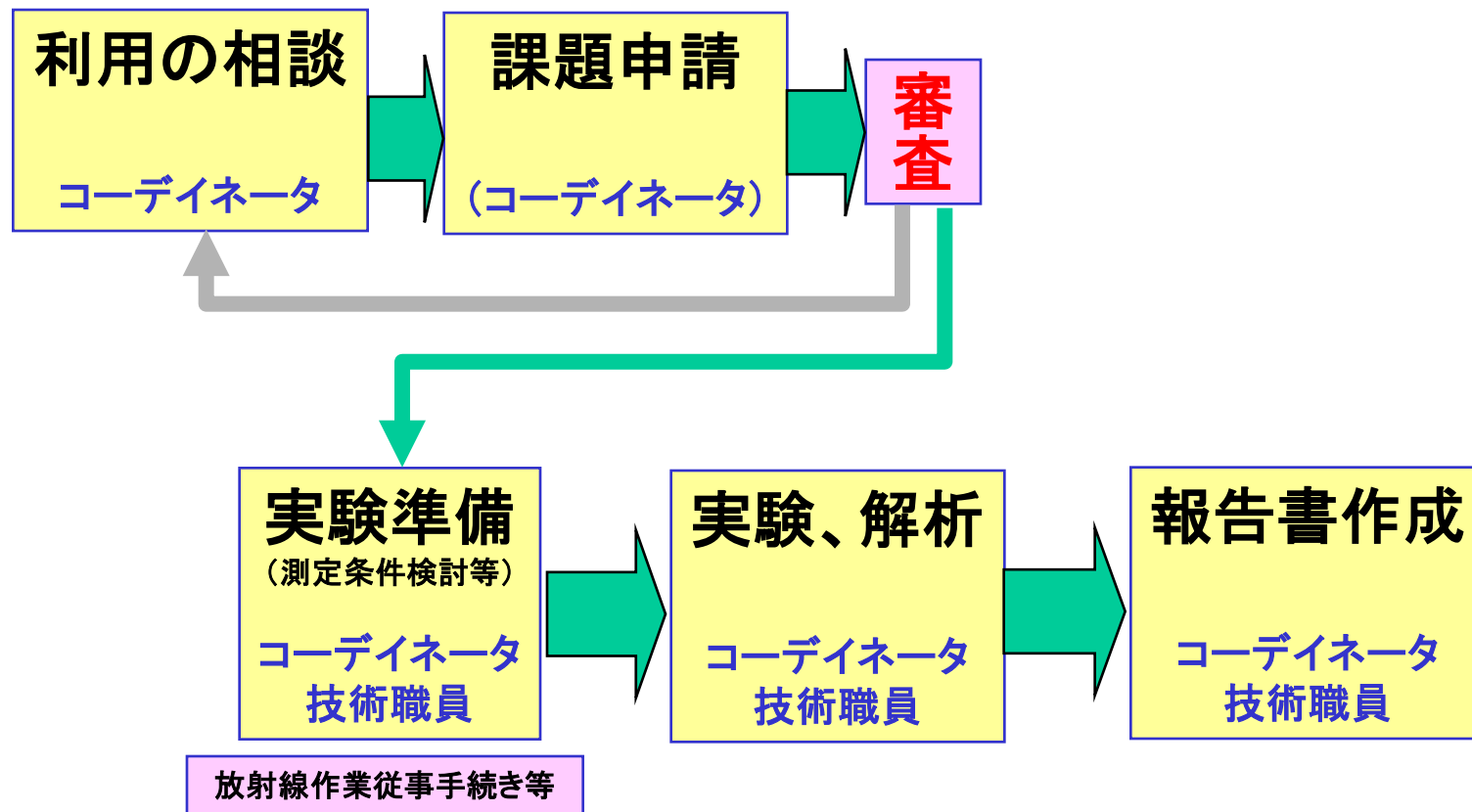
報告の必要なし

随時受け付け（ただし、年2回の募集時以外は料金1.5倍）

（測定代行）

XAFSに限り、2時間18万円を単位に随時受付

SPring-8ご利用までの流れ



09A期課題申請募集中 12/11 10:00締切

担当コーディネータ

蛍光X線分析担当	二宮利男	ninomiya@spring8.or.jp	0791-58-0963
電子材料担当	古宮聰	komiya@spring8.or.jp	0791-58-0935
半導体材料担当	渡辺義夫	y.wata@spring8.or.jp	0791-58-2804
金属材料担当	橋本保	hashimot@spring8.or.jp	0791-58-0991
無機材料担当	梅咲則正	umesaki@spring8.or.jp	0791-58-0834
触媒担当	杉浦正治	sugiuram@spring8.or.jp	0791-58-2706
高分子材料担当	堀江一之	horiek@spring8.or.jp	0791-58-2847
生体物理担当	八田一郎	hatta@spring8.or.jp	0791-58-2854

09A期課題申請募集中 12/11 10:00締切