

明治大学 工学部 電気電子生命学科、
半導体ナノテクノロジー研究室 小椋厚志教授

小椋教授のラボでは、半導体ナノテクノロジーの研究を通して太陽電池やLSIなどの高性能化を目指している。2018年10月、ラボにエキシラム社開発による高エネルギーX線源MetalJet-D2+を搭載した実験室系硬X線光電子分光法装置 (HAXPES Lab : Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy) が導入された。HAXPESは固体界面の化学状態を非破壊で評価することができる唯一の手段である



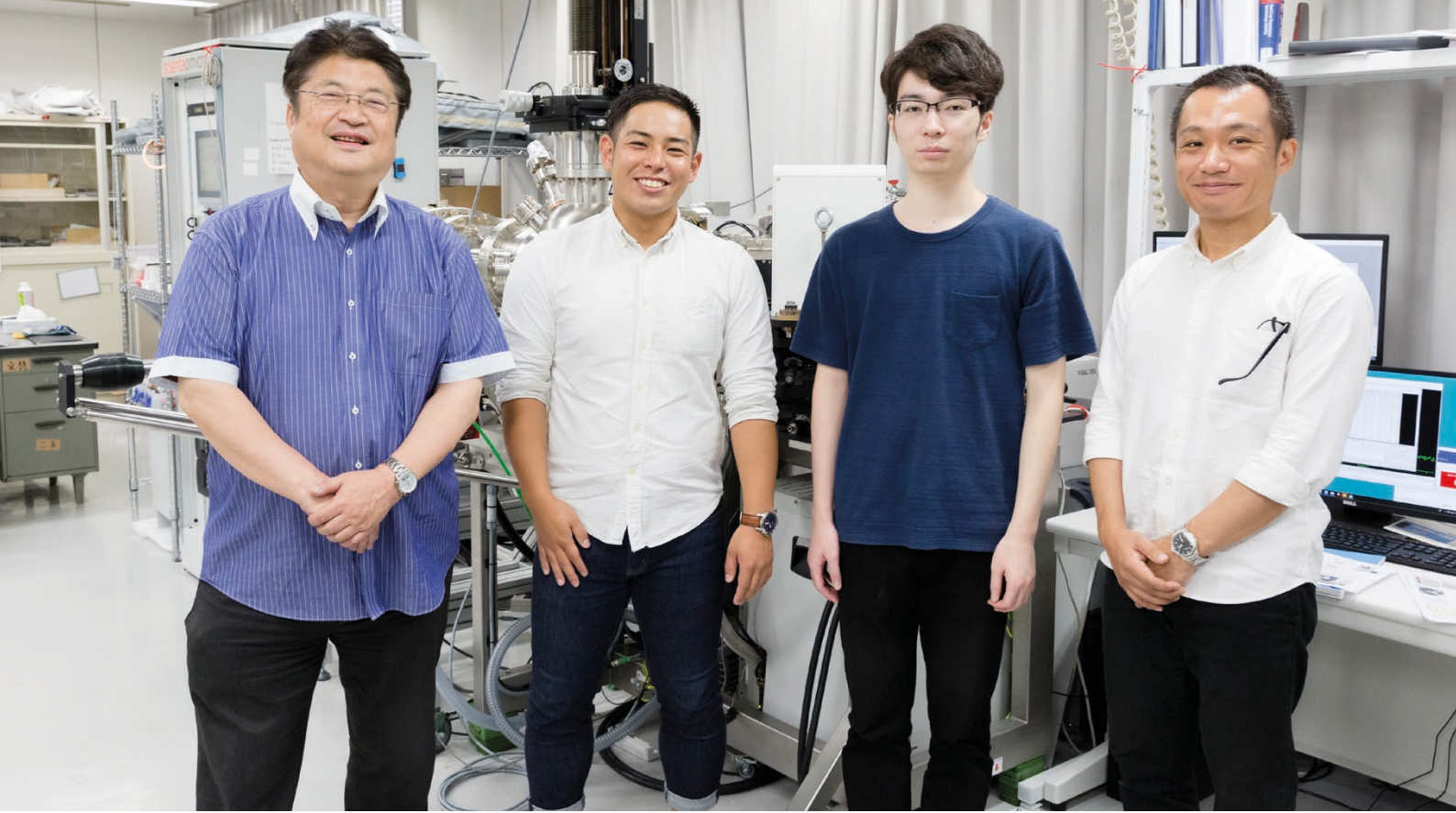
明治大学生田キャンパス (中央校舎)

主任研究員: 小椋厚志教授
研究機関: 明治大学工学部、電気電子生命学科、半導体ナノテクノロジー研究室、日本
方法: 硬X線光電子分光法 (HAXPES)
X線源: Excillum MetalJet D2+

放射光施設から実験室へ

LSIや太陽電池等の電子デバイスでは、化学的に不安定な表面に代えて、より安定な埋もれた界面を利用することで性能の向上を達成してきた。近年、様々なデバイスの高性能化が進むにつれ、より一層複雑な多層構造を持つようになった。多層構造デバイスでは、特に異種材料間のインターフェイスの制御が鍵となる。これまで異種材料間のインターフェイスの物理構造評

価にはTEM、X線回折 (XRD : X-ray diffraction) などを用いた。しかし、デバイス性能を左右する重要な要素である化学結合状態をはじめとする化学的視点からの評価は困難を極めていた。化学結合状態、電子構造評価にはX線光電子分光法 (XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy) が最もポピュラーな方法である。しかしながら、XPSによるインターフェイス評価には困難が伴った。その原因の1つと



小椋教授と研究メンバー

“これまで放射光施設のみで利用可能であった硬X線を用いた分析手法を実験室に持ち込むことで、24時間365日の連続測定が可能になった。多数の試料測定が可能となり、試料作成条件への最適化を繰り返すことで、研究開発が加速し、大いなる進展が得られた。さらに、透過電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscopy) 等の他の評価との相乗効果がより短時間で効果的に発揮できるようになった。

明治大学 理工学部 電気電子生命学科、小椋厚志教授

してX線源が挙げられる。XPSはX線で励起した光電子を観測する。しかし、X線強度が増加すると光電子の発生確率が低下するため、十分な強度を得るためには、少なくとも2日以上時間を要する可能性がある。よって、これまでHAXPESによる評価は、主にSPring-8等の放射光施設で行われていた。しかしながら、予約済み、メンテナンス中、アップグレード中など様々な理由から、実際に利用できるHAXPESのビームラインの数は限られているのが現状である。また利用中は24時間不眠で作業しなければならない不便さも伴う。

放射光施設から実験室へ

LSIや太陽電池等の電子デバイスでは、化学的に不安定な表面に代えて、より安定な埋もれた界面を利用することで性能の向上を達成してきた。近年、様々なデバイスの高性能化が進むにつれ、より一層複雑な多層構造を持つようになった。多層構造デバイスでは、特に異種材料間のインターフェースの制御が鍵となる。これまで異種材料間のインターフェースの物理構造評

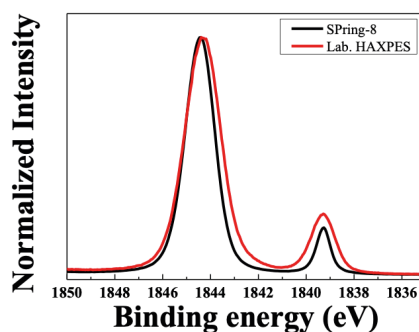
価にはTEM、X線回折 (XRD: X-ray diffraction) などを用いた。しかし、デバイス性能を左右する重要な要素である化学結合状態をはじめとする化学的視点からの評価は困難を極めていた。化学結合状態、電子構造評価にはX線光電子分光法 (XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy) が最もポピュラーな方法である。しかしながら、XPSによるインターフェイス評価には困難が伴った。その原因の1つとしてX線源が挙げられる。XPSはX線で励起した光電子を観測する。しかし、X線強度が増加すると光電子の発生確率が低下するため、十分な強度を得るためには、少なくとも2日以上時間を要する可能性がある。よって、これまでHAXPESによる評価は、主にSPring-8等の放射光施設で行われていた。しかしながら、予約済み、メンテナンス中、アップグレード中など様々な理由から、実際に利用できるHAXPESのビームラインの数は限られているのが現状である。また利用中は24時間不眠で作業しなければならない不便さも伴う。



MetalJet-D2+が搭載されたHAXPES Lab装置

しかし近年、エキシウム社から十分な強度を持つ実験室系高エネルギーX線源が開発された。これがMetalJet D2+ である。真空中を液体Ga合金が循環し、流れる液体Ga合金に電子線を照射し、約9.25 keVのX線を発生させる。このような機構を備えているにもかかわらず、装置は小型で実験室の限られたスペースに適している。そしてこのMetalJetD2+ を初めて搭載した実験室系HAXPESがシエンタオミクロン製HAXPES Labである。

現在我々のラボにおいて、MetalJet D2+ を搭載したHAXPES Labは24時間365日フル稼働しているが、非常に高い安定性を示している。X線の発生位置は安定しており、現在までに不安な要素は全く生じていない。日々、世界的に最先端である実験室系HAXPESの安定した測定を行うことが出来るのは、放射光施設での実績のあるエネルギー分析装置に加えて、小型で高輝度の実験室硬X線源であるMetalJet D2+が登場し、最新のモノクロメーターを組み合わせることで、狭帯域X線の強力なビームで試料を照らすことが可能になったことによると言える。



実験室で実現できた硬X線源のPhotoelectron Spectroscopy

Figure 1は、Si基板上に熱酸化により成膜した膜厚30 nmのSiO₂を有する多くの電子デバイスにおける、もっとも重要な構成要素であるSiO₂/Si構造の非破壊測定の結果を示している。1839 eVおよび1843 eV付近のピークはそれぞれSi-Si、SiO₂結合に起因する。これまでのX線源(Al K α , Mg K α)では、非破壊で埋もれた界面の化学結合状態を観測することは困難であった。一方、MetalJet D2+ X線源(Ga K α)を使用することでFig.1のような結果

“実験室系”の呼称にふさわしいコンパクトで高性能な装置。極めて安定して連続測定を行うことができ、期待以上の成果が生まれつつある。

小椋厚志教授

これまで放射光施設のみで利用可能であった硬X線を用いた分析手法を実験室に持ち込むことで、24時間365日の連続測定が可能になった。

明治大学 理工学部 電気電子生命科学科、小椋厚志教授



を得ることが出来た。同時に世界三大放射光施設の1つであるSPring-8で行った同一試料の測定結果と比較した結果、ほとんど遜色のないデータが得られていることが分かった。

実験系HAXPES装置の可能性

「実験室で予備実験を行ってから放射光施設で測定することが可能となり、適切な役割分担を導入することで、データの量だけでなく質的な向上が見込める。固体界面の化学結合の評価が日常的に行える環境が整い、オペランド測定などの開発を通じて、電子デバイスの評価に関する質的な変化が期待される。」小椋厚志教授

HAXPES Labが立ち上がって以来、多く方が興味を示され、装置見学や測定の依頼を頂いている。そのため2018年10月の導入以来、昼夜問わず実験を行っている状態であるが、非常に安定している。これからHAXPESは電子デバイスだけでなく、バイオマテリアルなどの多岐にわたる分野への応用が期待される。その一方、まだまだHAXPESという言葉自体に馴染みの無い科学者も多いのが現状である。これからもその可能性を追求し、その有用性を伝えることも我々の重要な仕事の1つであると考えている。

MetalJet-D2+搭載によるHAXPES Lab装置

特長

- 実験室系HAXPES装置
- 高エネルギーX線
- 市場最高レベルの輝度
- 線源の安定性

利点

- 放射線施設と同様の評価実験を日常的に実現可能。
- 励起エネルギーが高い(9keV) ため、通常の実験室XPS(Al K α X線1.5keV)に比べ検出深さが大きい。
- よって、表面状態に依存しない、化学結合、欠陥、インターフェイスの分析が可能。
- タイムリーなデータ取得、データの質や量の充実、他の評価との相乗効果が発揮でき、研究開発が飛躍的に促進される。
- 放射線施設へ運搬する必要がないため、サンプルの損傷リスクが低減。
- コンパクト設計で実験室の限られた空間に最適。