

平成 29 年 6 月 16 日現在

機関番号：84502

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420292

研究課題名(和文) ナノスケールX線回折マッピング法の開発

研究課題名(英文) Development of nano-scale X-ray diffraction mapping technique

研究代表者

今井 康彦 (Imai, Yasuhiko)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・副主幹研究員

研究者番号：30416375

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：放射光X線を100 nm程度に集光して用いる構造評価法では、試料上の各点でX線回折を測定し、それを実空間でマッピングすることが求められている。測定の空間分解能を上げるには、試料を回転しても試料上でX線の照射位置がずれないようにしなければならない。そのためには、試料の表面を回転ステージの回転中心に精度良く合わせる必要がある。

本研究では、試料表面の形状を問わずに、試料上の任意の位置を回転ステージの回転中心に自動で精度良く合わせる技術を開発し、ナノビームX線回折を広い実空間スケールでマッピングすることを実現した。

研究成果の概要(英文)：Real space mapping of X-ray diffraction measurement have been performed using synchrotron X-ray focused to 100 nm in order to reveal strain distribution in a sample. To achieve high-spatial-resolution, X-rays irradiation position on a sample should not be moved by the sample rotation. For this reason, a sample surface is precisely aligned to the rotation center of a rotation stage.

A technique has been developed to align any position on a sample surface to the rotation center of the rotation stage automatically independent of surface figuration of the sample. Using this technique, large area real space mapping of nano-beam X-ray diffraction has been achieved.

研究分野：精密X線光学

キーワード：マイクロ回折 マイクロX線回折 ナノビーム回折 ナノビームX線回折 逆格子マップ X線 放射光 アライメント

1. 研究開始当初の背景

放射光マイクロX線回折による局所構造評価法は、ビームサイズが100 nmにまで集光出来るようになったことから、次世代半導体デバイス開発のための材料評価法の1つとして必要不可欠な存在となっていた。この手法を使うと、試料の表面または界面の100 nmオーダーの微小領域における歪と格子面の傾きを同時に測定することができる。しかし、研究開始当初は、劈開させた断面など、測定する試料の表面が平らでない場合(図1)、十分な空間分解能で測定できないという問題があった。これは、測定中に試料位置がゴニオメータの回転中心からずれてしまうことが原因であった。このように表面が平らでない試料を評価するニーズは、ヘテロ構造の利用やデバイスの3次元集積化へ向けた研究が進む状況にあって、今後ますます増えていくと考えられ、対応が必要とされていた。



図1 劈開させた断面を測定する試料の例断面が平らではないため、試料によるビームの半割が出来ない。下の円盤状のものはサンプルホルダー。

2. 研究の目的

本研究では、試料表面の形状に依らず、試料上の任意の位置をゴニオメータの回転中心に自動で合わせる試料位置高精度フィードバック制御システムを開発し、X線回折の100 nmオーダーでの実空間マッピングを実現することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 一般にX線回折の測定では、「試料によるビームの半割」によって、試料の表面をゴニオメータの回転中心に合わせる(図2)。通常のmmオーダーのビームサイズであれば、多少試料表面に凹凸があっても、この方法によるアラインメントで問題は無い。試料の回転によるX線のあたる位置のズレは考えなくても良い。半割が完全でなく、試料表面が回転中心から多少ずれていても、ビームサイズが大きいと、その影響を無視することができるからである。しかし、ビームサイズが100 nmとなると、試料表面の凹凸や反りなどの影響は無視できない。凸部がX線を遮り、「試料によるビームの半割」ができなくなる(図3)。

(2) したがって本研究では、「試料によるビームの半割」ではなく、予め試料表面の形状

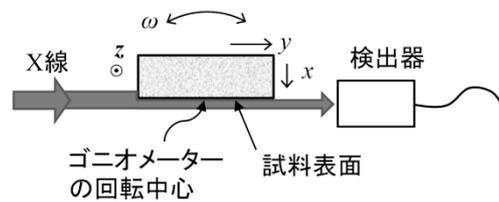


図2 試料表面によるビームの半割の様子 透過X線の強度が半分になっている。



図3 試料表面に大きな凹凸があるため、ビームの半割が出来ない様子 透過X線は試料の凸部で遮られている。

を測定し、そのデータを使うことで試料上の任意の位置を回転中心に合わせるシステムの開発を行った。試料の表面形状の測定には、小スポットの高精度レーザー変位計(スポット径2 μm 、分解能10 nm)を用い、測定は放射光実験ステーションの外(オフライン)で行った。測定中に次の試料を準備することが出来るようにしてある。限られた放射光ビームタイムを有効に使うことを考えてのことである。試料位置の補正は、超音波モーター駆動の小型ステージ(分解能100 nm)を用いて行った。小型ステージは、ゴニオメータヘッドと試料との間に挟んであり、従来の測定装置との互換性を保っている。ゴニオメータヘッドのマウントは標準のiUCrマウントから市販のキネマティックマウントに変更した。これによってマウントの位置再現性が向上し、オンライン(実験ハッチ内)とオフラインのステージの位置を1 μm 程度の精度で同期できるようになった。

4. 研究成果

(1) はじめに、シリコンウエハの破断面を表面に凹凸のある試料として用いて行った自動位置補正システム自体の評価結果を示す。図4(a)にレーザー変位計を用いてオフラインで測定した表面形状を示す。レーザー変位計の焦点は予めゴニオメータの回転中心に合わせてある。したがって、図中のx値は試料表面の回転中心からの変位に対応し、その大きさは14.3~59 μm であった。図4(b)に、自動位置補正システムを有効にして、レーザー変位計を用いてオンラインで図4(a)と同じ領域を測定した結果を示す。システムが有効に機能した結果、600 \times 100 μm^2 のエリアにわたって、破断面の回転中心からのミスアラインメント量を-0.46~1.6 μm に抑えることが出来ている。外れ値を除くと、0~1.1 μm 程度となる。この大きさは、Bragg角30°程度の対称反射を測定する際に、試料の角度を $\pm 1^\circ$ 回転させた時、試料上でのX線の照射位置の変化が40 nm程度となることに対応し

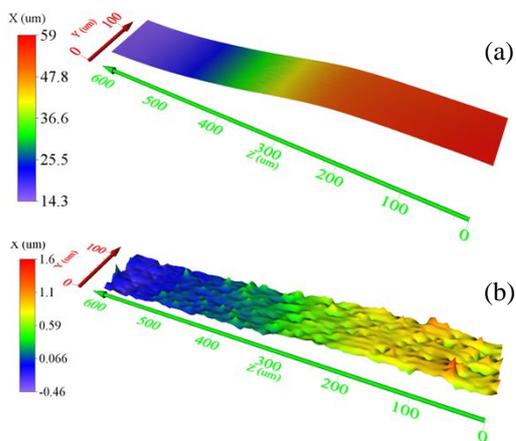


図 4 (a): シリコンの破断面 $600 \times 100 \mu\text{m}^2$ の形状をオフラインで測定した結果。表面に凹凸があり、回転中心からのズレの大きさは $14.3 \sim 59 \mu\text{m}$ 。(b): (a)のデータを使った自動位置補正を有効にして、オンラインにおいて回転中心からのズレを測定した結果。ズレの大きさを $0 \sim 1.1 \mu\text{m}$ に抑えることが出来ている (外れ値を除く)。

ており、精度としては十分である。

(2) 次に、Si 基板に 200 nm 幅の金の細線 (厚さ 50 nm) を付けたテスト試料を作成し、実際にナノビーム X 線を使って行ったシステムの総合的な評価結果を示す。図 5 にテスト試料の模式図を示す。わざと傾けて用いることで表面が平らではない試料を模擬している。自動位置補正システムを有効にして、試料を回転させながら金細線からの蛍光 X 線強度を測定した結果を図 6(a) に示す。 $=25 \sim 80^\circ$ の範囲において Y 方向の変位はほぼ一様で、その大きさは $5 \mu\text{m}$ 程度であった。これは $=2^\circ$ に対して $Y=0.18 \mu\text{m}$ に対応する。この変位は十分小さいとは言えないが、許容範囲である。また、このテスト試料を傾けずに用いて従来の半割の手法を使って回転中心にアラインメントした場合の測定結果を図 6(b) に示す。同様の結果が得られた。したがって、この変位は試料のアラインメント由来ではなく、他に原因があると考えられる。原因としては、回転ステージの上にある XYZ ステージのモータードライバーケーブルの張力が考えられる。今後は、これらの影響を小さくする方策を検討していく予定である。また、 $=35^\circ$ あたりで $1 \mu\text{m}$ 程度ジャンプする現象が確認された。この角度位置は、X 線のエネルギー 8 keV における Si 004 反射の Bragg 角に対応しており、使う頻

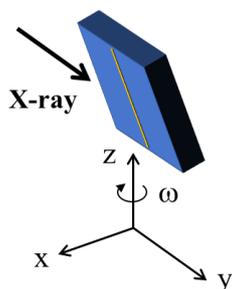


図 5 200 nm の線幅の金の細線パターンを付けたシリコン基板の模式図 わざと傾けて用いることで表面が平らではない試料を模擬している。

度の高い角度である。この現象は、この測定を行うまで分からなかった。回転ステージのベアリングの摩耗などが原因として考えられたため、この後メーカーによる修理を行った。今後は、定期的にこのテスト試料を使って回転ステージの精度の確認を行うことにした。また、Si 基板上の金の細線はレーザー変位計と X 線の両方で見る事が出来たため、オフラインとオンラインのステージ位置を同期することにも利用している。本研究で開発したシステムを使うことで、試料表面の形状を問わずに、ナノビーム X 線回折の実空間マッピングが実現できた。

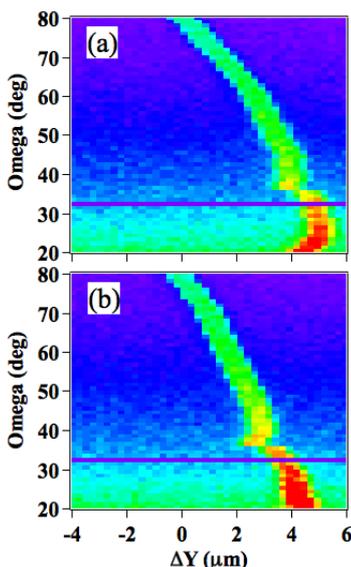


図 6 (a)傾けた試料の回転に対する金細線位置の変化 (自動位置補正システム) (b)平らな試料を従来の半割の手法を使ってアラインメントした場合についての結果。

(3) 放射光ナノビームを使った実験のための試料の精密アラインメントに関しては、その重要性和必要性は誰もが認めるところである。単色 X 線を使った X 線回折測定では、試料の回転が必要となり、精密アラインメントが必要となる。しかし、それをどのように行うかに関しては APS や ESRF など世界の主要な施設においても手法は確立されておらず、試行錯誤が続けられているようである。国際会議において担当者に直接尋ねても、回答の歯切れは悪く、結局難しいで終わってしまう。論文としても発表されていない。本研究で開発した技術は、放射光施設において貴重なビームタイムをロスすることなく、簡単に試料の精密自動アラインメントを実現するものであり、広く展開が期待できる。

5. 主な発表論文等

[学会発表](計 5 件)

今井康彦、隅谷和嗣、木村 滋、“金細線パターンを用いたナノビーム X 線回折のための試料位置でのゴニオメータ偏芯量評価”, 第 30 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 2017 年 1 月 8 日, 神戸芸術センター (兵庫県・神戸市)

Yasuhiko Imai, Kazushi Sumitani,

Shigeru Kimura, "Synchrotron Nano-Beam X-Ray Diffraction at SPring-8", The 7th International Symposium on Advanced Science and Technology of Silicon Materials, 2016年11月23日, Kailua-Kona (アメリカ合衆国)

今井康彦、木村 滋、"SPring-8における放射光ナノビームX線回折の現状", 第57回高圧討論会、2016年10月28日、筑波大学学生会館(茨城県・つくば市)

Yasuhiko Imai, "An automatic sample positioning system for nano-beam X-ray diffraction multi-scale mapping", 13th Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Imaging (XTOP2016), 2016年9月8日, Brno (チェコ共和国)

今井康彦、"X線ナノビーム回折のための試料精密アラインメント技術開発", 第29回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2016年1月11日、柏の葉カンファレンスセンター(千葉県・柏市)

[その他]

ホームページ等

<http://rud.spring8.or.jp/member/0001246.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・副主幹研究員
今井 康彦 (IMAI, Yasuhiko)
研究者番号 : 30416375

(2) 研究協力者

隅谷 和嗣 (SUMITANI, Kazushi)
木村 滋 (KIMURA, Shigeru)