

## I X線顕微鏡の開発と物質・生命科学への応用研究

### Development of X-ray Microscopes and Their Applications to Material and Life Sciences

高野秀和・籠島 靖・津坂佳幸

Takano, H., Kagoshima, Y., Tsusaka, Y.

物質・生体・プラズマあるいは天体における構造や生起する現象を原子レベルで解明するには、軟 X 線から硬 X 線領域での、空間的・エネルギー的・時間的に高い分解能による計測が不可欠である。それには高性能の X 線光学素子や光学系の開発が重要である。最近の X 線光学素子や光学系に関する研究の進捗は著しく、10 keV 近傍の X 線領域でサブ-100 nm の空間分解能が容易に得られるようになってきている。

我々は、SPring-8 兵庫県 ID ビームライン(BL24XU)において、硬 X 線領域での顕微分析技術の開発、高度化を行っている。要素技術として、多層膜ゾーンプレートや全反射ゾーンプレートなどの新しいタイプの X 線光学素子の開発を進めており、集光サイズ 50 nm 以下の X 線ビームを高集光効率で生成することが可能となっている。X 線集光ビームを用いた走査型 X 線顕微鏡光学系の開発高度化も進めており、蛍光 X 線による極微量元素の定量分析とその空間分布マッピング測定、位置敏感型 X 線回折測定等により、生体材料、次世代電池材料、ポリマー材料、セラミックス材料等、様々な材料分析へ応用を行っている。また、X 線マイクロイメージング法の開発、高度化についても進めている。空間分解能 1 ミクロンの性能を有する単純投影型トモグラフィ (CT) では、サブ秒オーダーの時間分解能をもつ 4 次元 CT や、大型平板試料の観察が可能なラミノグラフィ法を展開しており、ポリマーの加熱発泡過程の観察等へ応用を行っている。さらに高い空間分解能を実現するために、結像型 X 線顕微鏡の開発も進めており、ヒト毛髪の内部構造観察等への応用を行っている。

## II 電子材料等の局所構造に関する研究

### Studies of Microstructure of Electronic Device Materials

津坂佳幸・高野秀和・籠島 靖

Tsusaka, Y., Takano, H., Kagoshima, Y.

半導体をはじめとする最近の電子デバイスの構造は、超高集積回路や高速光通信素子に代表されるように極めて微細かつ複雑になりつつある。これらの構造を構築するには、表面酸化、エッチング等の局所加工、薄膜堆積など各種のプロセスが必須である。デバイスサイズの縮小化によって結晶構造

や応力の分布もまた多様化しており、局所的な解析が不可欠となりつつある。本研究は平面波マイクロビームを形成し、数ないし  $1\ \mu\text{m}$  の位置分解能をもって局所歪みなどの空間分布を測定することを目的としている。これにより将来の我が国の産業を支える電子デバイスの発展、プロセス改良に寄与するための基礎研究を行う。

現在 SPring-8 の兵庫県 ID ビームライン(BL24XU)において、高精度 X 線回折計を組み合わせた装置の開発・改良を進めており、これまでに縦  $0.4\ \mu\text{m}$ 、横  $1.1\ \mu\text{m}$ 、水平面内発散角  $40\ \mu\text{rad}$  の平面波マイクロビームの形成に成功し、シリコン基板上の酸化膜境界付近や多波長発光素子などのロックングカーブ測定、逆格子空間マップ測定にも成功している。これらの結果は電子デバイスに関する新しい情報を提供しており、本研究の今後の進展が期待される。

### Ⅲ 放射光ナノテクセンター運営への参画

#### Participation in Synchrotron Radiation Research Nanotechnology Center

籠島 靖・津坂佳幸・高野秀和  
Kagoshima, Y., Tsusaka, Y. Takano, H.

兵庫県では、放射光研究における産業利用を促進するため、平成 10 年度に 1 本目の県専用ビームラインである BL24XU の供用を開始し、マイクロビームを使った各種イメージング・局所分析等に対応し、具体的な研究成果を挙げてきた。その後、産業界においてより製品化に直結する技術開発段階での材料分析ニーズが増加し、また材料利用技術の高度化に伴って、新しい機能を有する材料の開発等が盛んになってきたことなどから、BL24XU が有する手法に加え、小角 X 線散乱、広域 X 線吸収微細構造解析、高精度粉末 X 線回折、単色 X 線トポグラフィ等の手法についても対応すべく、2 本目の県専用ビームラインである BL08B2 を建設し、平成 17 年度より供用を開始した。平成 20 年 1 月には、SPring-8 の利用企業等を支援し、多様な共同研究プロジェクトの拠点となる兵庫県放射光ナノテク研究所の供用を開始した。

これら施設の管理・運営については、BL24XU の供用開始当初から公益財団法人ひょうご科学技術協会が兵庫県からの委託を受けて実施してきたが、平成 25 年度から公立大学法人兵庫県立大学が、放射光ナノテクセンターとして実施することとなった。本研究室の教員は、放射光ナノテクセンターの連携教員としてその運営に参画している。

#### 発表論文 List of Publications

- I-1 H. Takano, T. Tsuji, A. Matsumura, K. Sakka, Y. Tsusaka and Y. Kagoshima, Total reflection zone plates for hard X-ray nanofocusing, in XRM2014, 12th International Conference on X-Ray Microscopy, October 26-31, 2014, Melbourne, Australian
- I-2 Y. Kagoshima, T. Hiroto, K. Sumida, S. Konishi, H. Takano, T. Koyama, S. Ichimaru, T.

Ohchi, H. Takenaka, Hard X-ray multilayer zone plate with 30-nm outermost zone width, in XRM2014, 12th International Conference on X-Ray Microscopy, October 26-31, 2014, Melbourne, Australian

- I-3 角田和浩・小山貴久・小西繁樹・廣友稔樹・松村篤恭・高野秀和・津坂佳幸・竈島 靖・市丸智・大知渉之・竹中久貴：「硬 X 線多層膜ゾーンプレートの高空間分解能化」、第 28 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2015 年 1 月立命館大学びわこ・くさつキャンパス
- I-4 松村篤恭・辻卓也・角田和浩・高野秀和・津坂佳幸・竈島 靖：「全反射ゾーンプレートの直交直列配置による二次元集光特性評価」、第 28 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2015 年 1 月立命館大学びわこ・くさつキャンパス
- I-5 竈島 靖：「SPring-8 兵庫県ビームラインにおける産業利用と産学連携」、東北大学金属材料研究所共同利用ワークショップ～ 3GeV 中型高輝度放射光 (SLiT-J) の実現に向けて ～、2014 年 12 月 15 日、東北大学金属材料研究所講堂
- I-6 竈島 靖：「SPring-8 兵庫県ビームラインの概要と活用方法」、イノベーションセミナー～ 播磨のものづくり企業のステップアップのために ～ (平成 26 年度 地方中枢拠点都市モデル事業) 2015 年 1 月 20 日、姫路商工会議所
- II-1 M. Hiraiwa, F. Liu, S. Shibata, S. Takeda, Y. Tsusaka, Y. Kagoshima and J. Matsui, Evaluation of a-type screw dislocations in m-GaN film by means of X-ray diffractometry, Jpn. J. Appl. Phys. **54**, 025503 (2015) (5 pages).
- II-2 福田修平・津坂佳幸・高野秀和・竈島 靖・野瀬惣市・竹田晋吾・横山和司・松井純爾・今西正幸・轟夕摩・丸山美帆子・今出完・吉村政志・森勇介：「放射光 X 線による Na フラックス法 GaN 単結晶基板の結晶性評価」、2014 年第 75 回応用物理学会秋季学術講演会、2014 年 9 月北海道大学

## 大学院物質理学研究科

### 博士後期課程

平岩美央里：放射光 X 線を用いた窒化ガリウム結晶中の格子欠陥に関する研究

### 博士前期課程

角田和浩：硬 X 線多層膜ゾーンプレートの高空間分解能化

福田修平：放射光 X 線による Na フラックス法 GaN 単結晶基板の結晶性評価

松村篤恭：線集光型全反射ゾーンプレートの評価及び点集光への応用

## 科学研究費補助金等

### 1 科学研究費補助金 (平成 24～26 年度) 基盤研究(C) 課題番号 24510125

研究課題 X 線円形多層膜ゾーンプレートによる高フラックス pink ナノビームの生成

研究代表者 竈島 靖

2 独立行政法人科学技術振興機構（JST）戦略的創造研究推進事業 ALCA（先端的低炭素化技術開発）  
（平成 24 年度～30 年度）

研究課題 省エネデバイス用 8 インチ超大口径 GaN ウェハ

研究代表者 津坂佳幸（分担者）