

三次元nanoESCA装置の現状と研究展開

東京大学大学院工学系研究科
東京大学放射光連携研究機構
堀場 弘司

KEK-PF
組頭 広志



Outline

三次元nanoESCA装置の現状

- ・今年度行った装置改良
- ・性能評価結果

三次元nanoESCA装置を利用した研究展開

- ・ high-k MOSFETデバイス評価（豊田智史）
- ・ グラフェン電子状態（吹留博一）
- ・ ナノワイヤReRAMの電子状態スイッチング

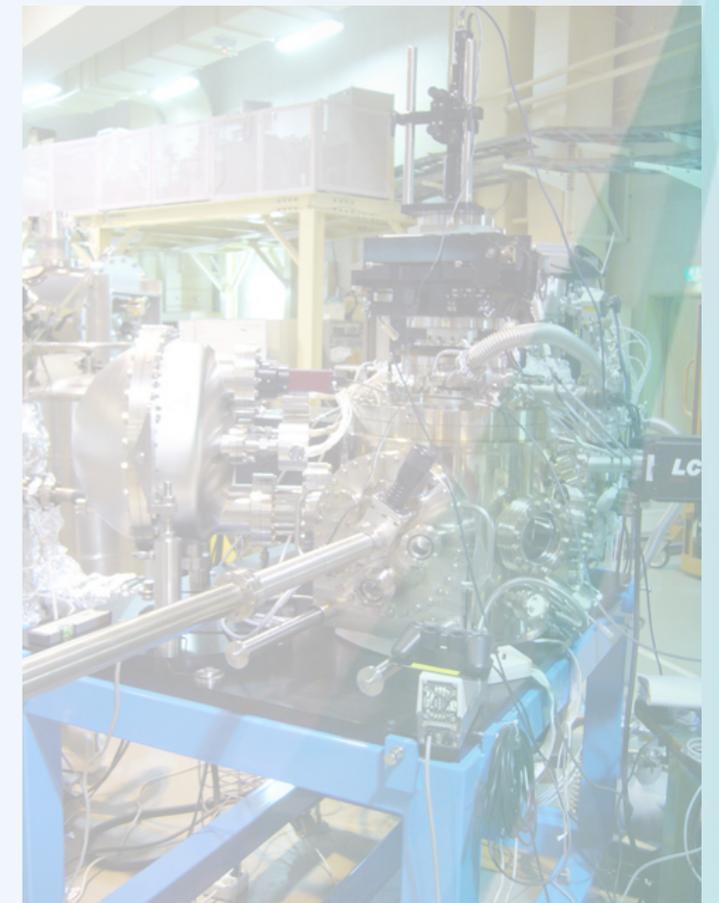
Acknowledgements

三次元ナノESCA装置開発、建設

東大院工：中村友紀、篠原稔彦、
黒角翔大、永村直佳、
豊田智史、尾嶋正治

高工研：雨宮健太、組頭広志

JASRI/SPring-8：
仙波泰徳、大橋治彦



三次元ナノESCA利用研究

high-k MOSFET：Selete Inc.

グラフェン：吹留博一（東北大通研）
長汐晃輔（東大院工）

ナノワイヤReRAMデバイス：
藤原宏平（阪大産研）、高木英典（理研・東大院理）

Time-resolved
soft x-ray spectroscopy

3D nano-ESCA

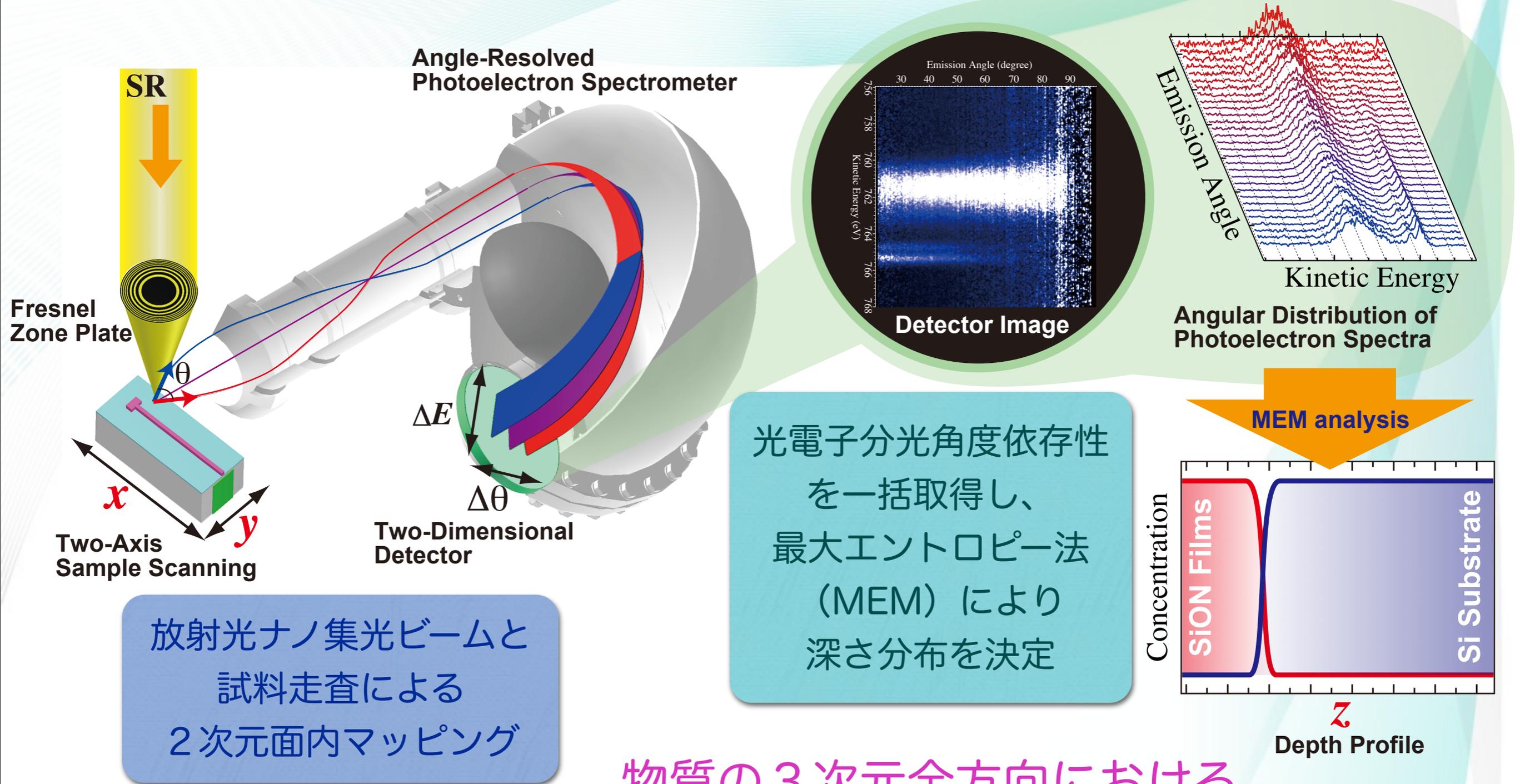
Ultra high-resolution
soft x-ray emission
spectroscopy

27 m undulator

Beamline

Experimental Stations

三次元nanoESCA



放射光ナノ集光ビームと
試料走査による
2次元面内マッピング

光電子分光角度依存性
を一括取得し、
最大エントロピー法
(MEM) により
深さ分布を決定

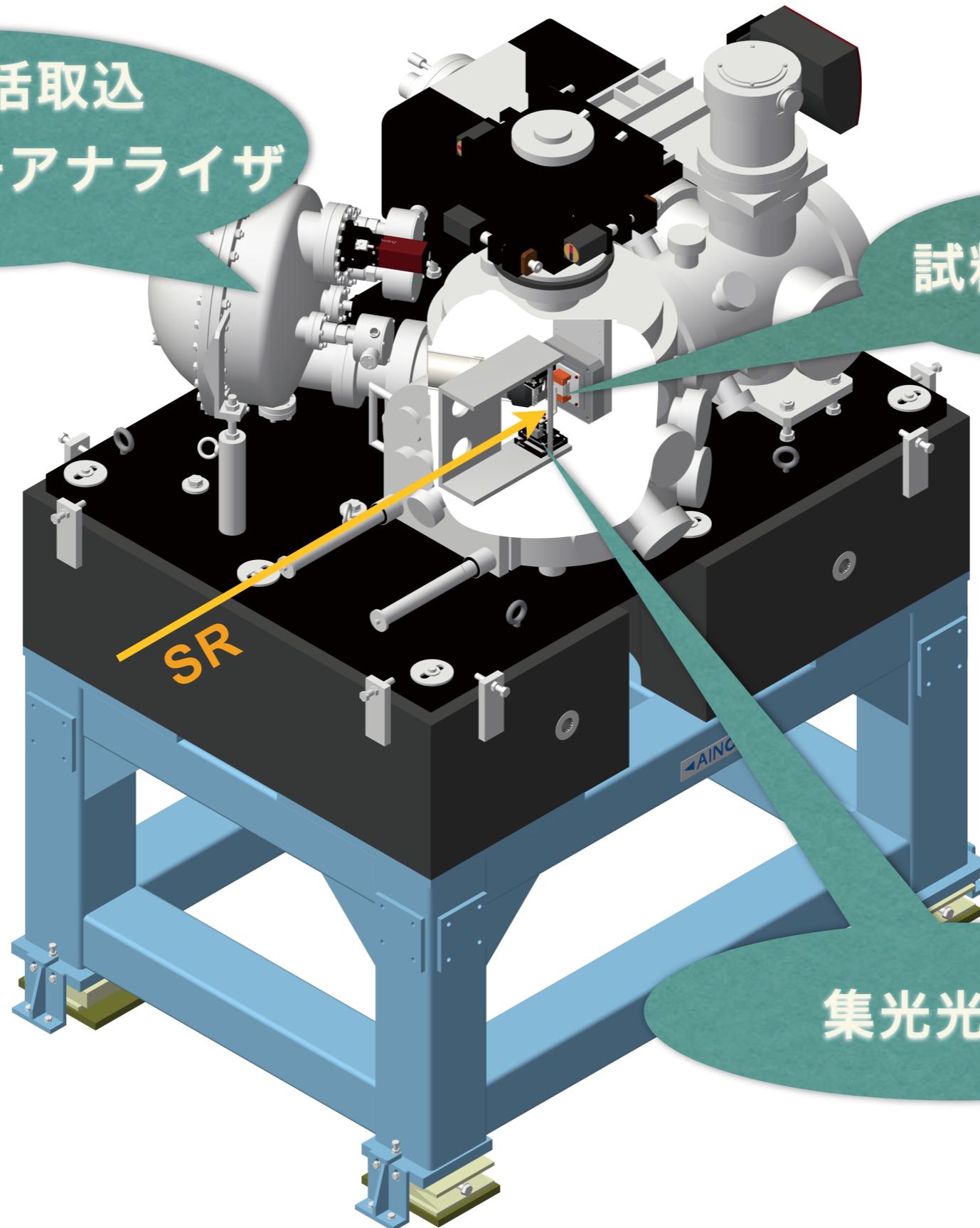
物質の3次元全方向における
ナノスケール電子状態分布を明らかにする

K. Horiba *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **82**, 113701 (2011).

Chamber Design

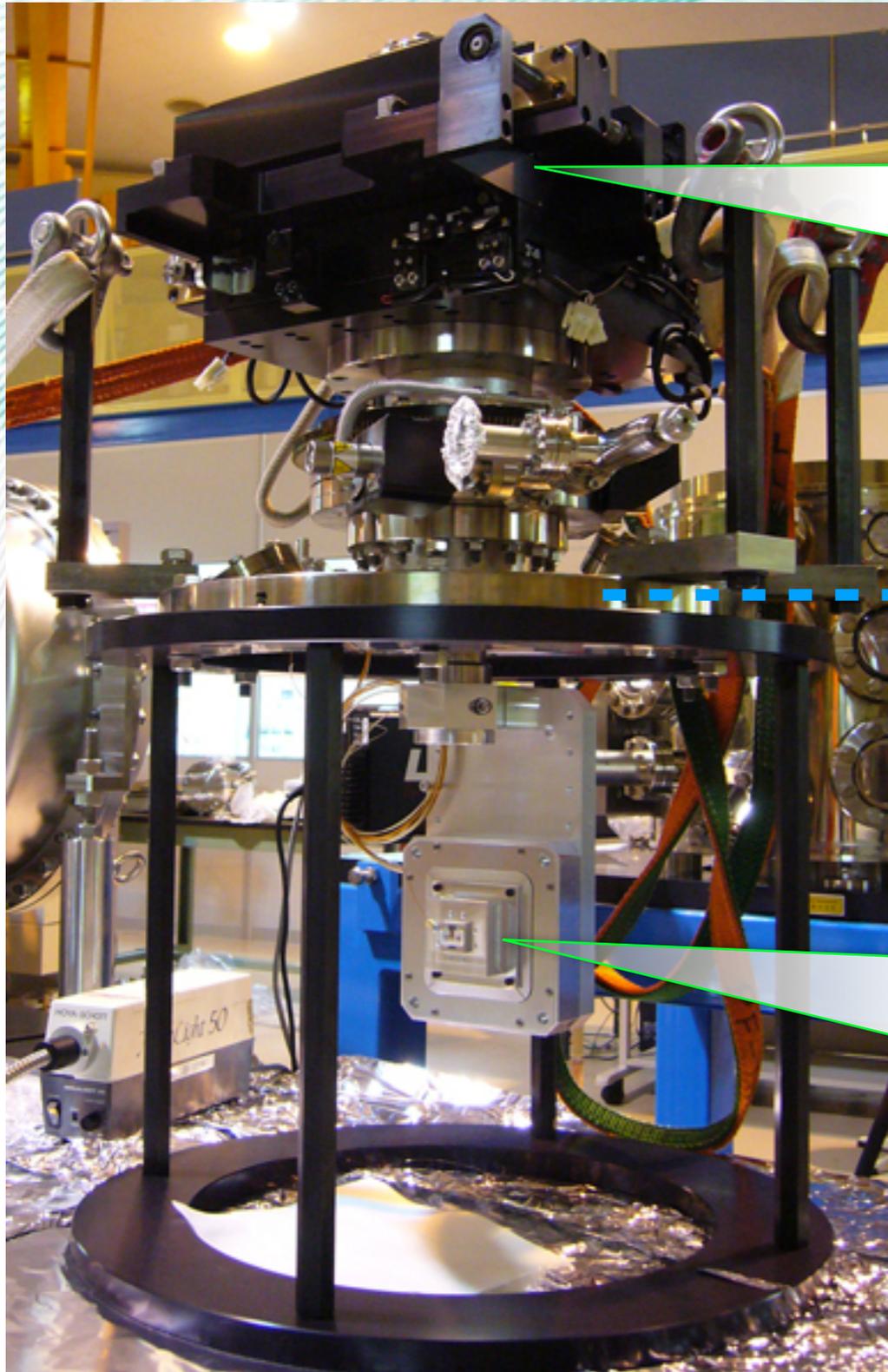
広角度一括取込
角度分解光電子アナライザ

試料ステージ



集光光学系

試料ステージ



粗動: 超高真空マニピュレータ (トヤマ)

駆動: ステッピングモータ

移動距離: 20 mm

移動精度: 2 μm

(with Mitutoyo リニアゲージ LGF-0125L)

Vacuum flange

精動: 超高真空ピエゾステージ

Physik Instrumente(PI) P-734

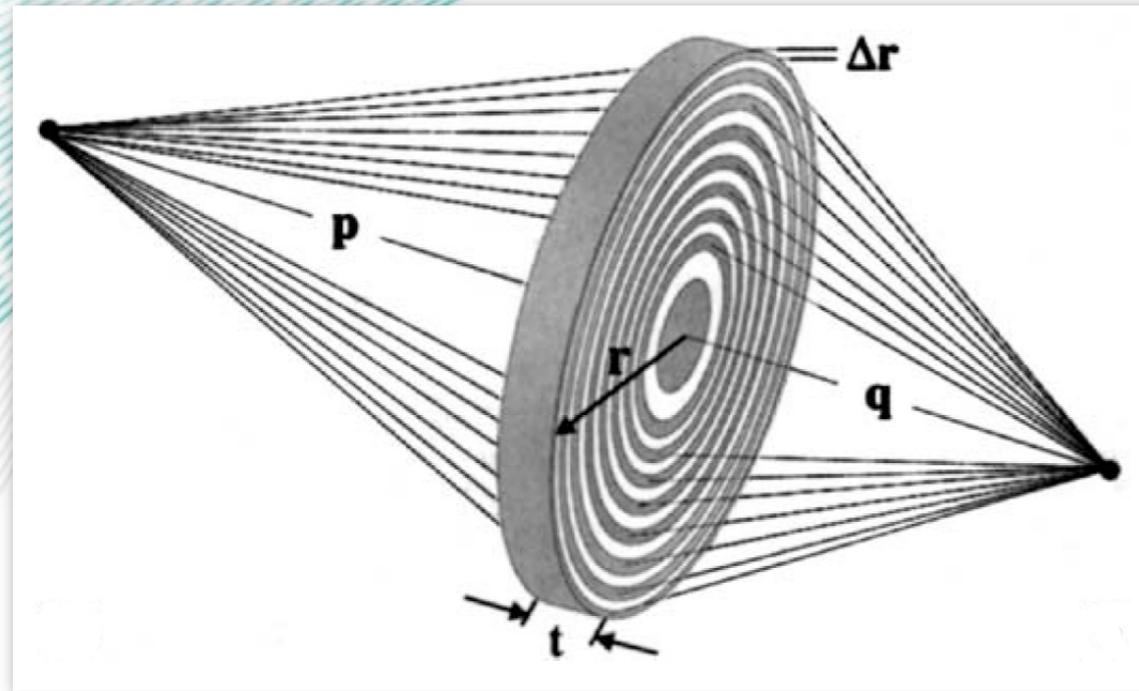
駆動: ピエゾ

移動距離: 100 μm

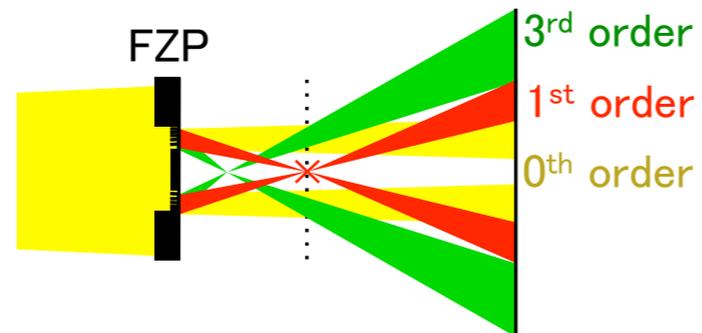
移動精度: 2 nm

集光光学系

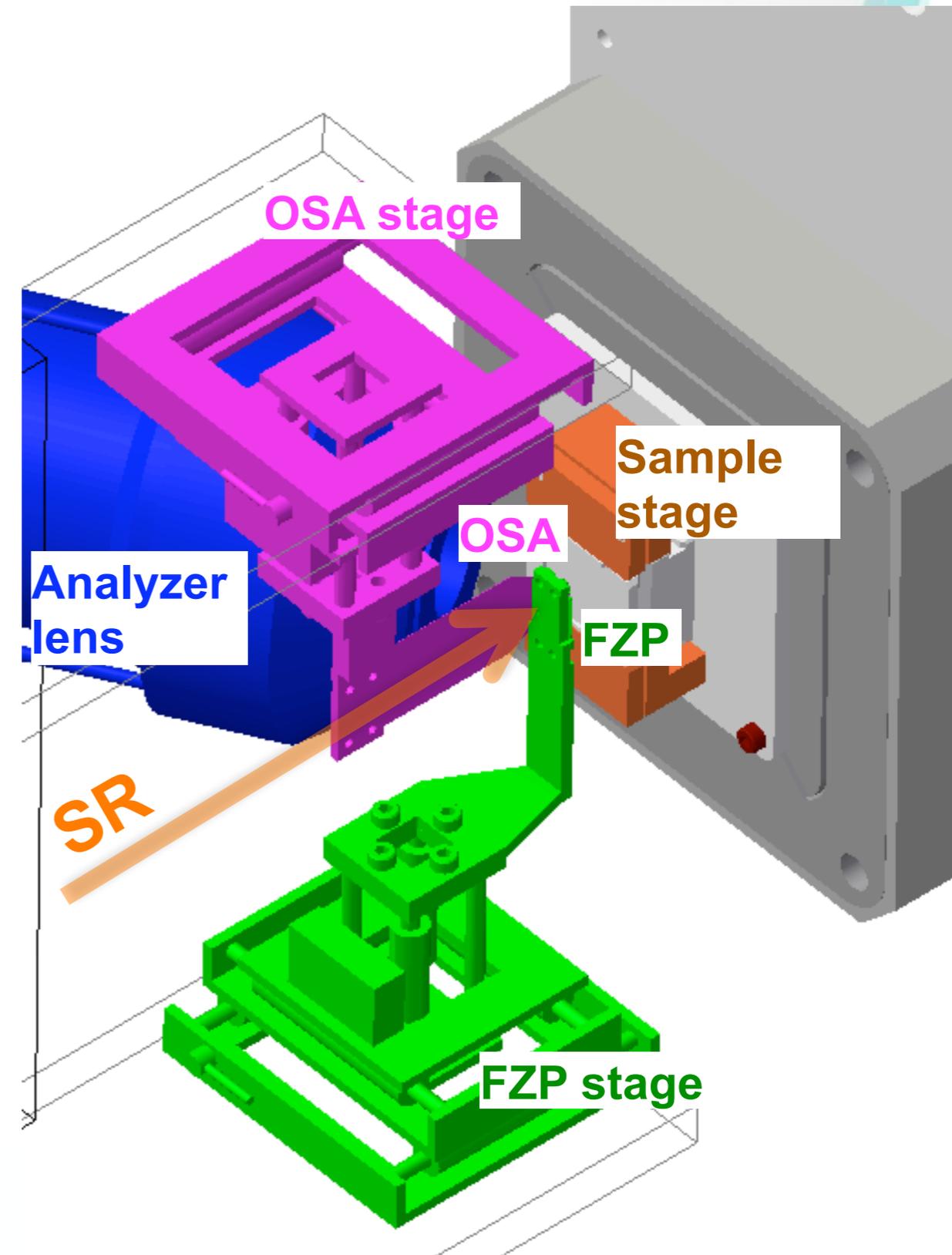
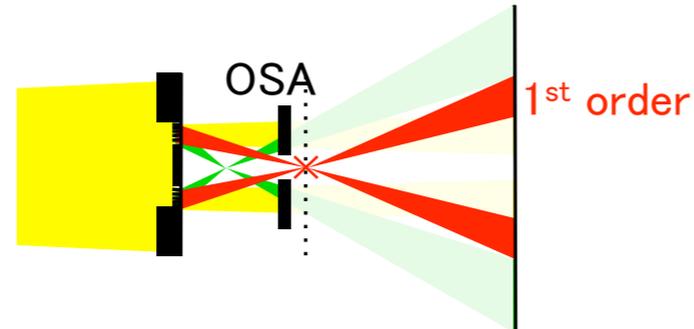
フレネルゾーンプレート (FZP)



Only
Frensel Zone Plate (FZP)



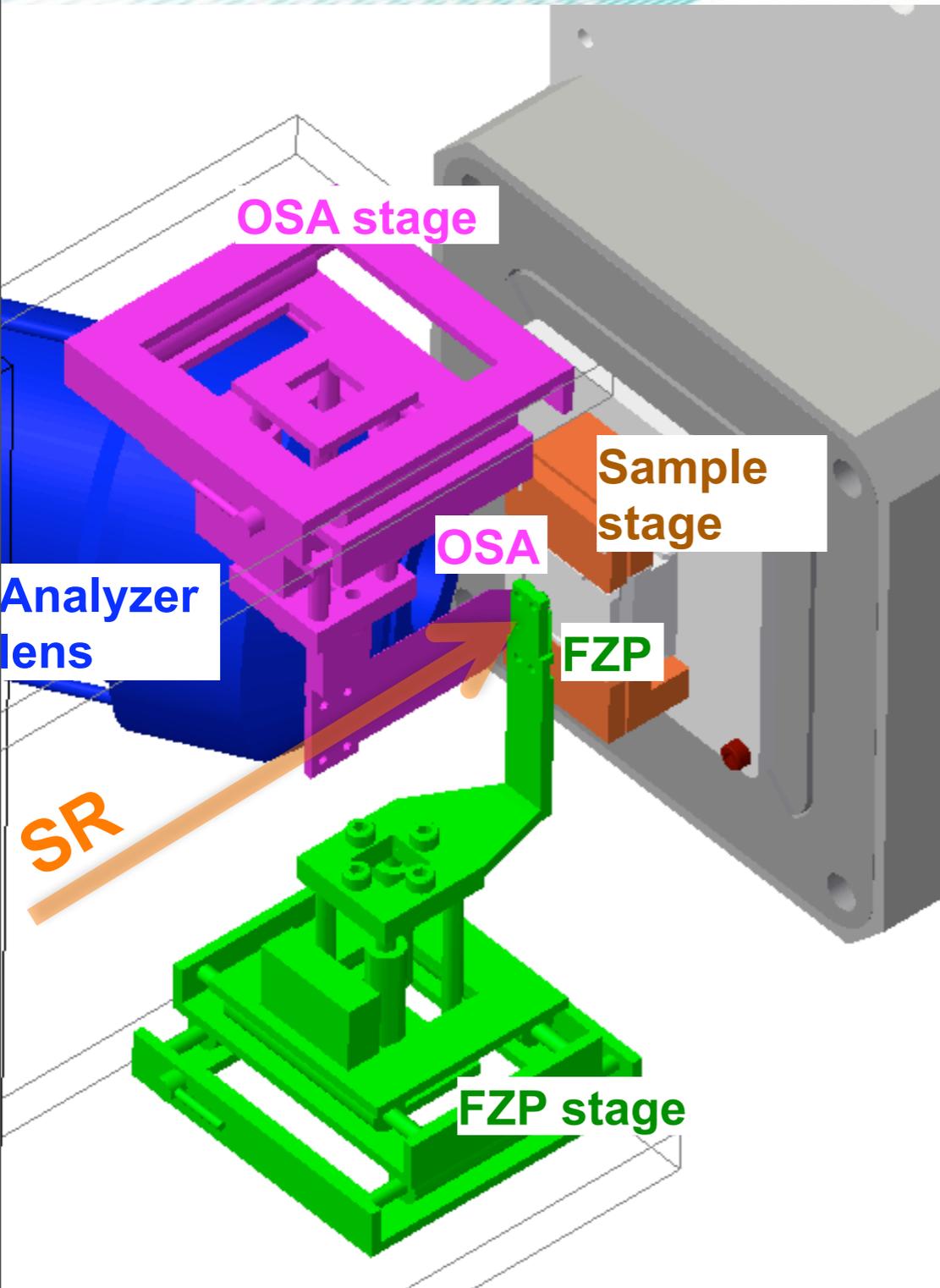
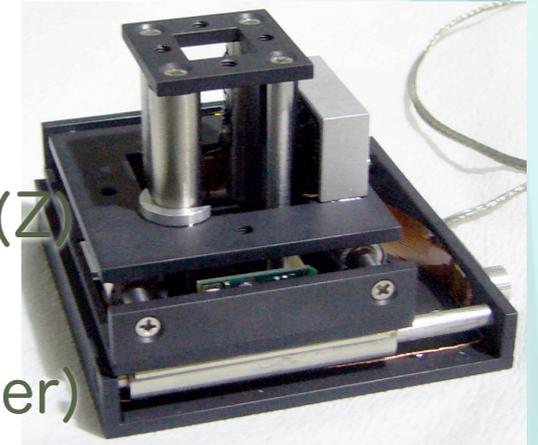
FZP and
Order Sorting Aparture (OSA)



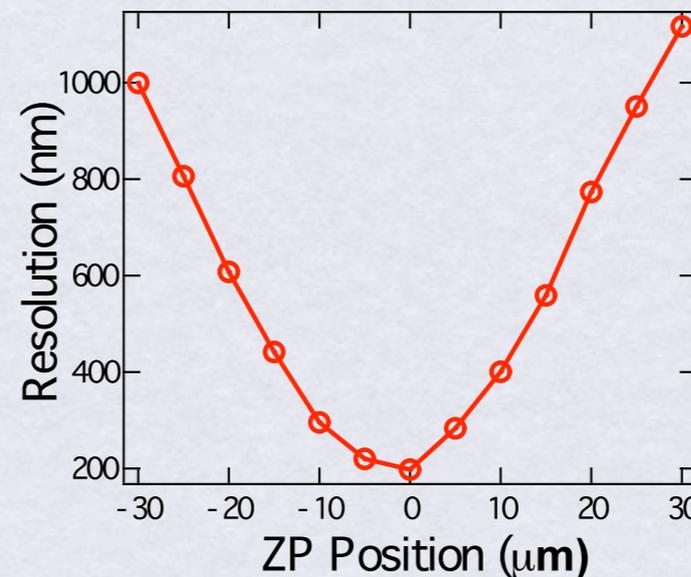
集光光学系：駆動ステージ

FZP and OSA駆動ステージ：
kleindiek LT6820XEYEZE-UHV

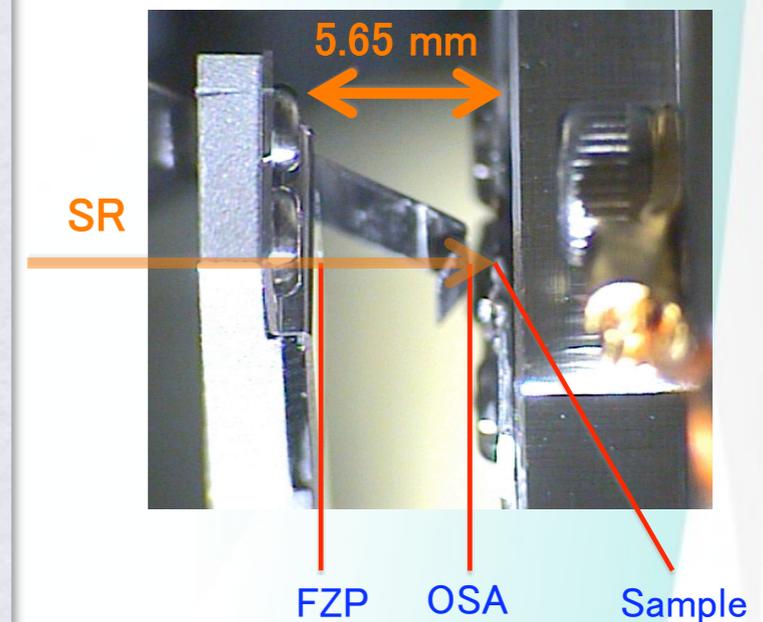
駆動： piezoアクチュエータ
移動距離： 20 mm (XY), 15 mm (Z)
最小ステップ： 0.5 nm
移動精度： 100 nm (linear encoder)



FZP焦点距離からのずれと
スポットサイズの関係
(実験値)

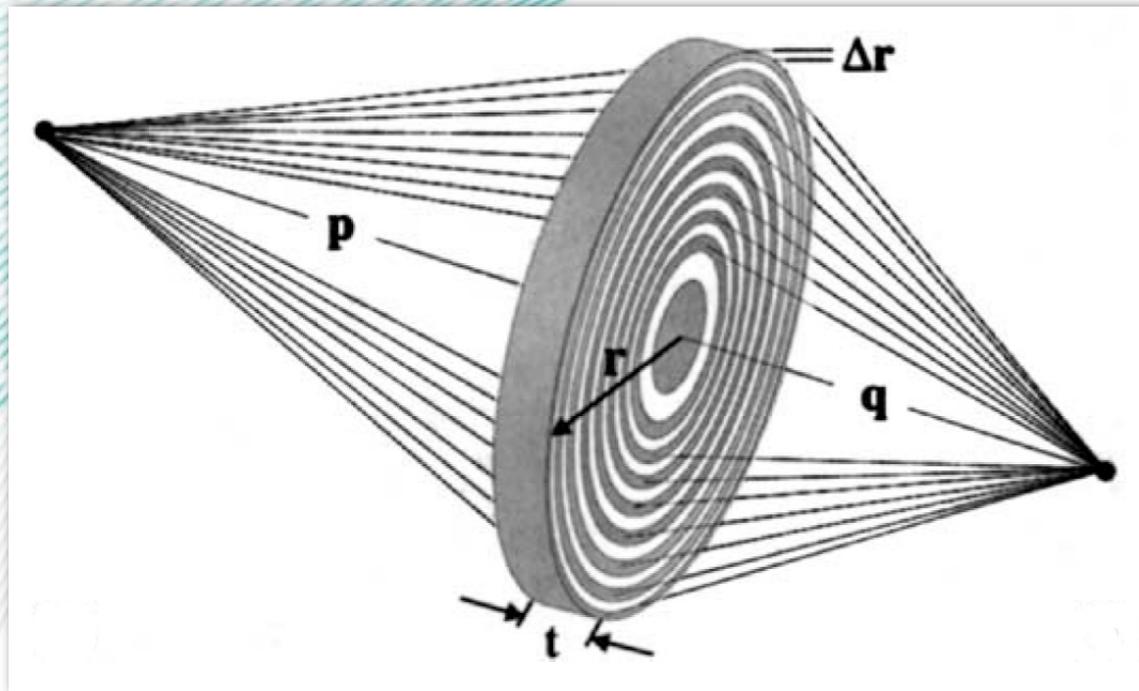


測定配置での光学系と試料



集光光学系：ゾーンプレート

Frensel Zone Plate



NTT-ATN製

r: 半径 = 100 μm

Δr : 最外ゾーン幅 = 35 nm

m: 回折次数 = 1

σ : 光源サイズ ~ 50 μm

p: 光源 - FZP間距離

q: FZP - 試料間距離 (焦点距離)
= 5.65 mm @ 1 keV

E: 光エネルギー

ΔE : 光エネルギー分解能

Theoretical equation of spot size

(S. Guenther et al., Prog. Surf. Sci. 70, 187 (2002).)

$$\delta_m = \sqrt{\left(\frac{1.22 \times \Delta r}{m}\right)^2 + \left(\sigma \frac{q}{p}\right)^2 + \left(2r \frac{\Delta E}{E}\right)^2}$$

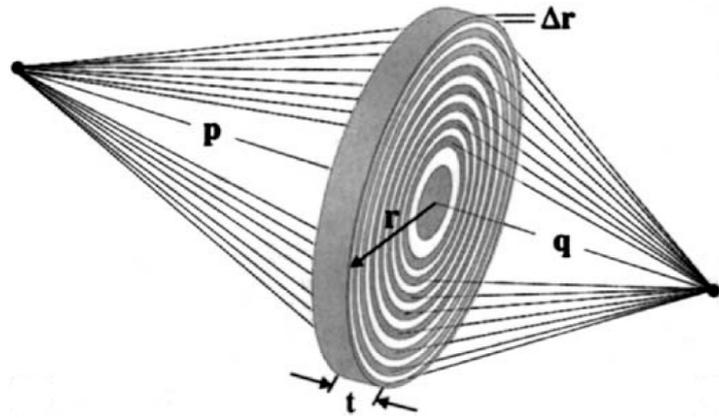
回折限界
42.7 nm

縮小率
pに依存

色収差
エネルギー分解能に依存

スポットサイズの理論限界

Theoretical equation of spot size



$$\delta_m = \sqrt{\left(\frac{1.22 \times \Delta r}{m}\right)^2 + \left(\sigma \frac{q}{p}\right)^2 + \left(2r \frac{\Delta E}{E}\right)^2}$$

回折限界
42.7 nm

縮小率
pに依存

色収差
エネルギー分解能に依存
20 nm @ 10,000 resolving power

SPring-8 BL07LSU

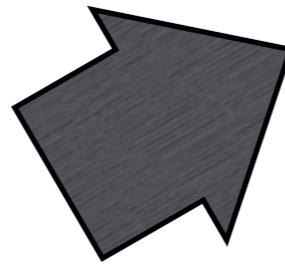
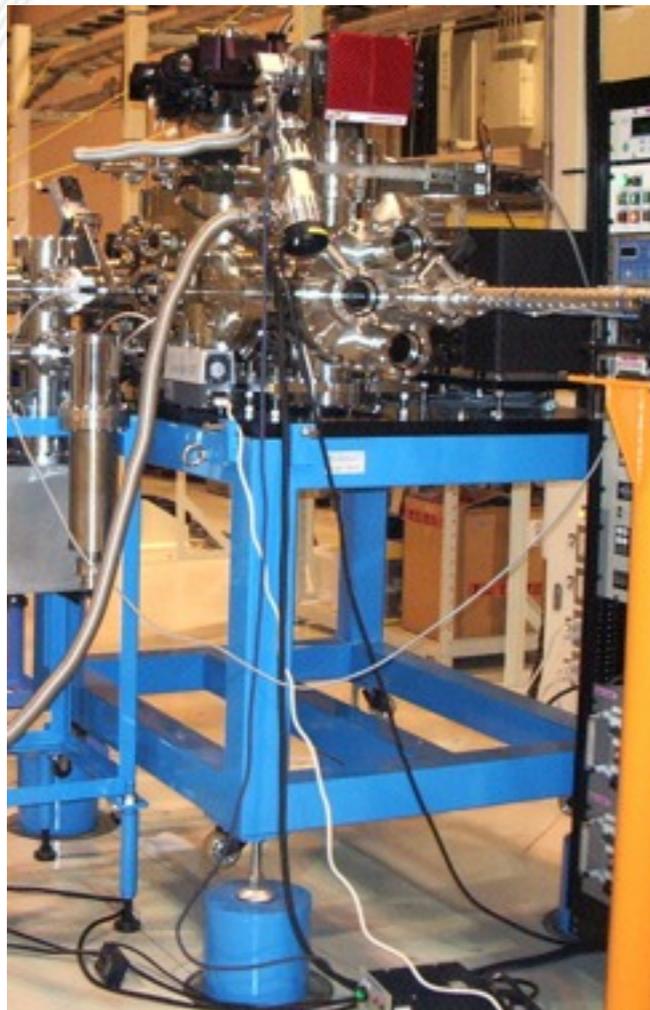


耐振性向上のための重量架台設置

製作：相野産業

350mm厚 グラナイト定盤

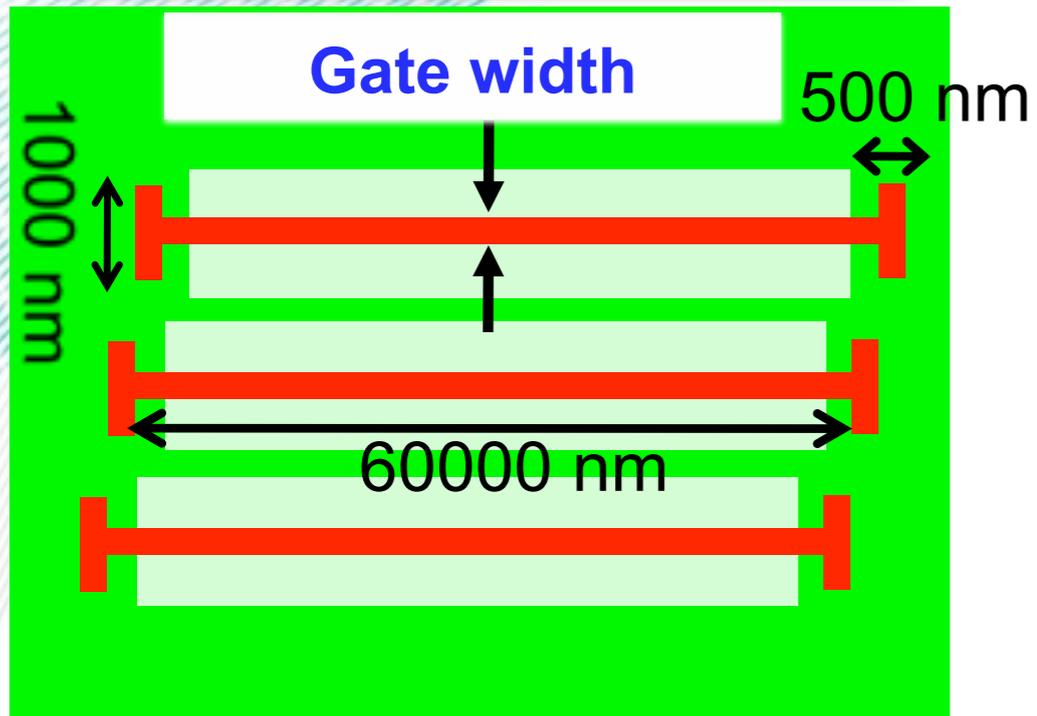
架台重量：2.1t



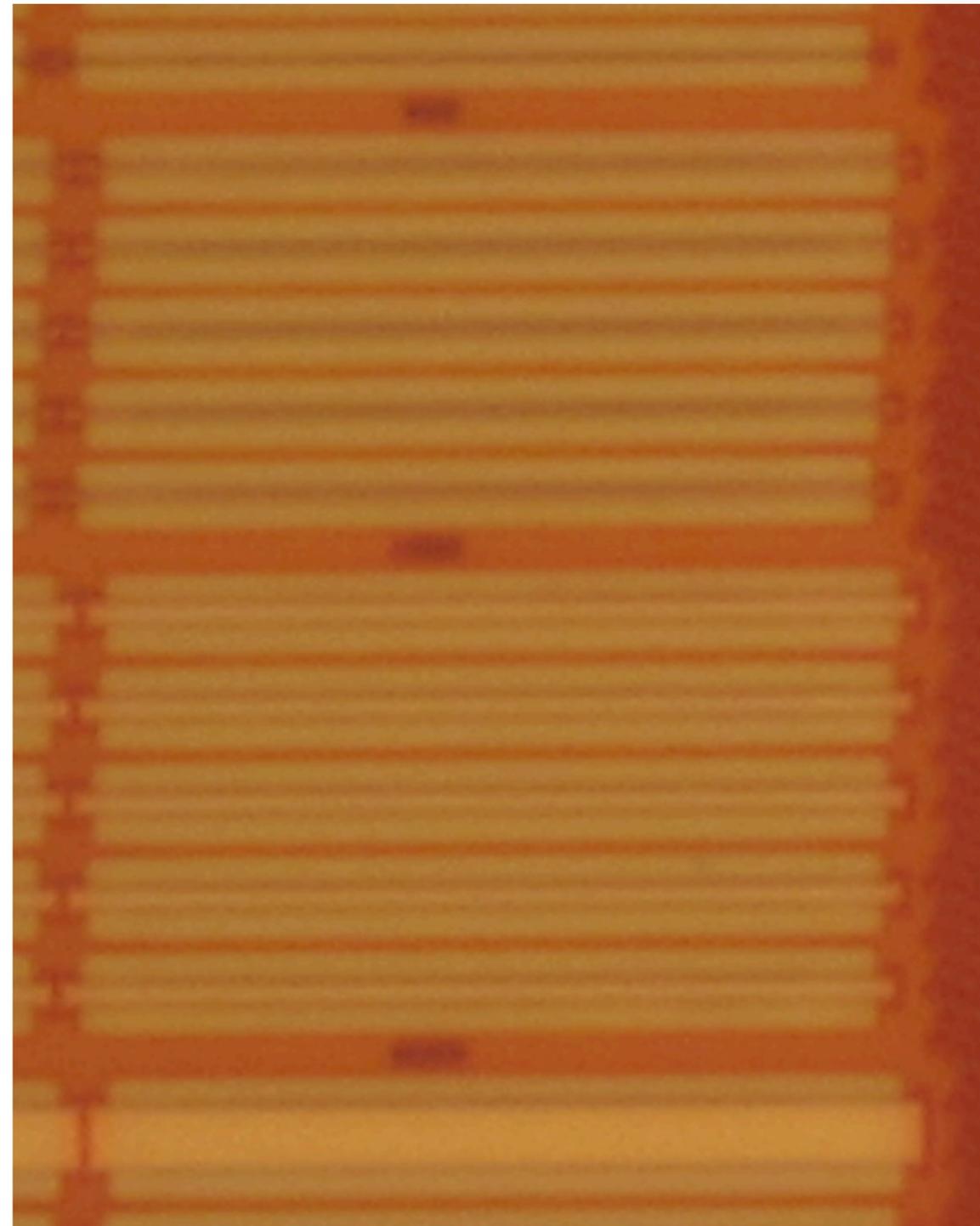
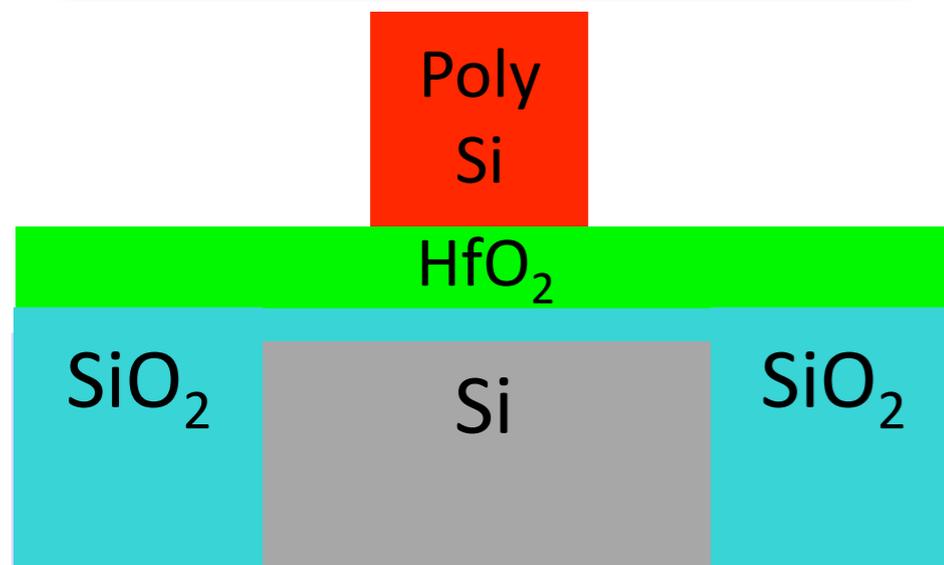
空間分解能テスト：MOSFETデバイス

*Acknowledgement to Selete, Inc. for fabrication of the samples

Top View

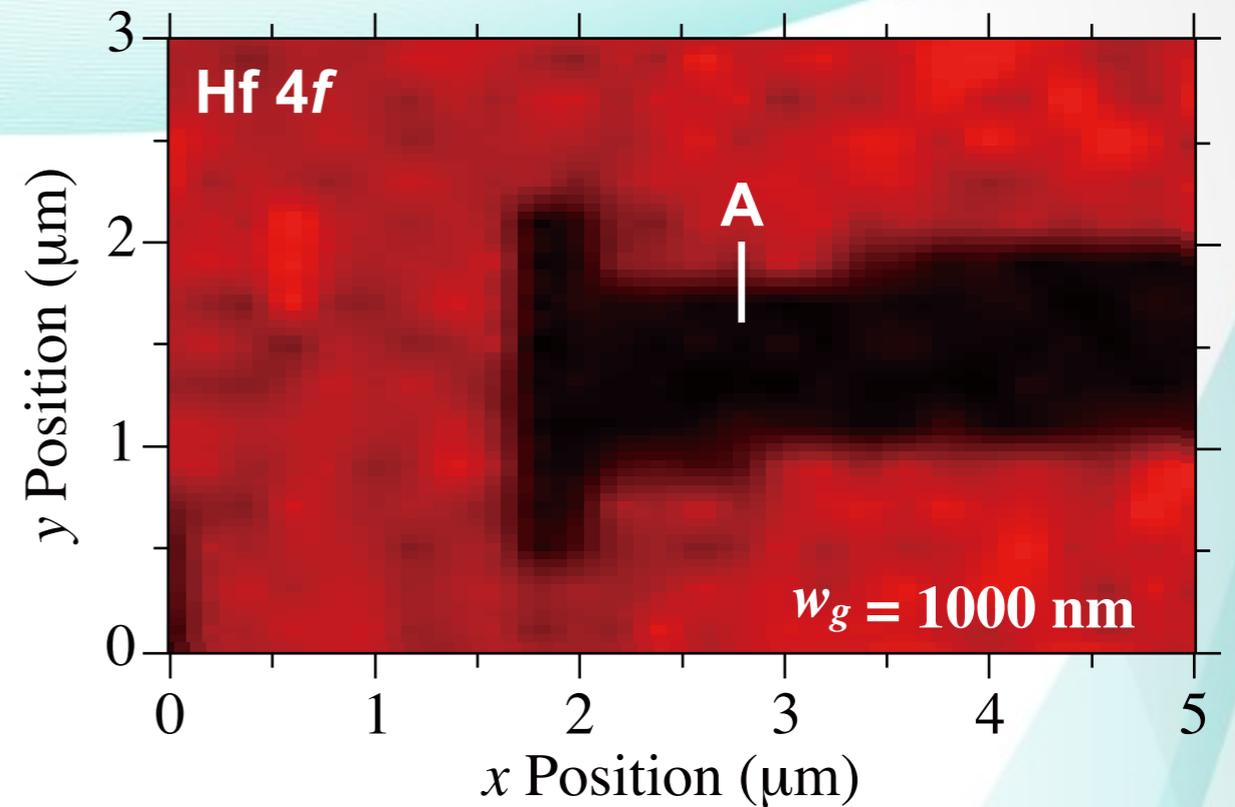
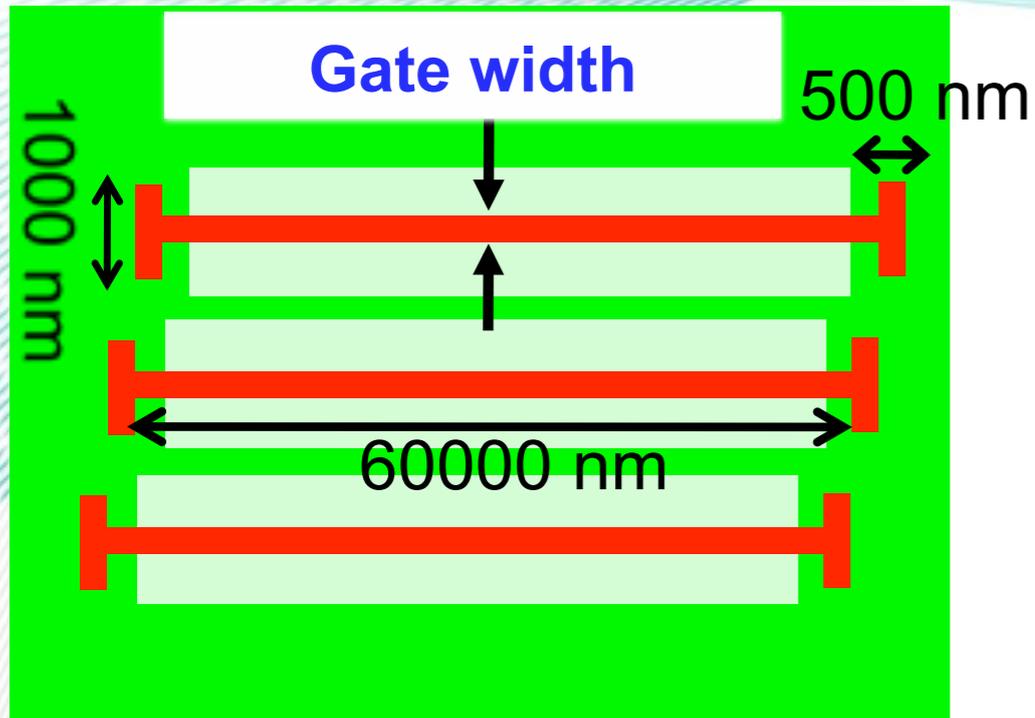


Cross-Sectional View



空間分解能評価

Top View



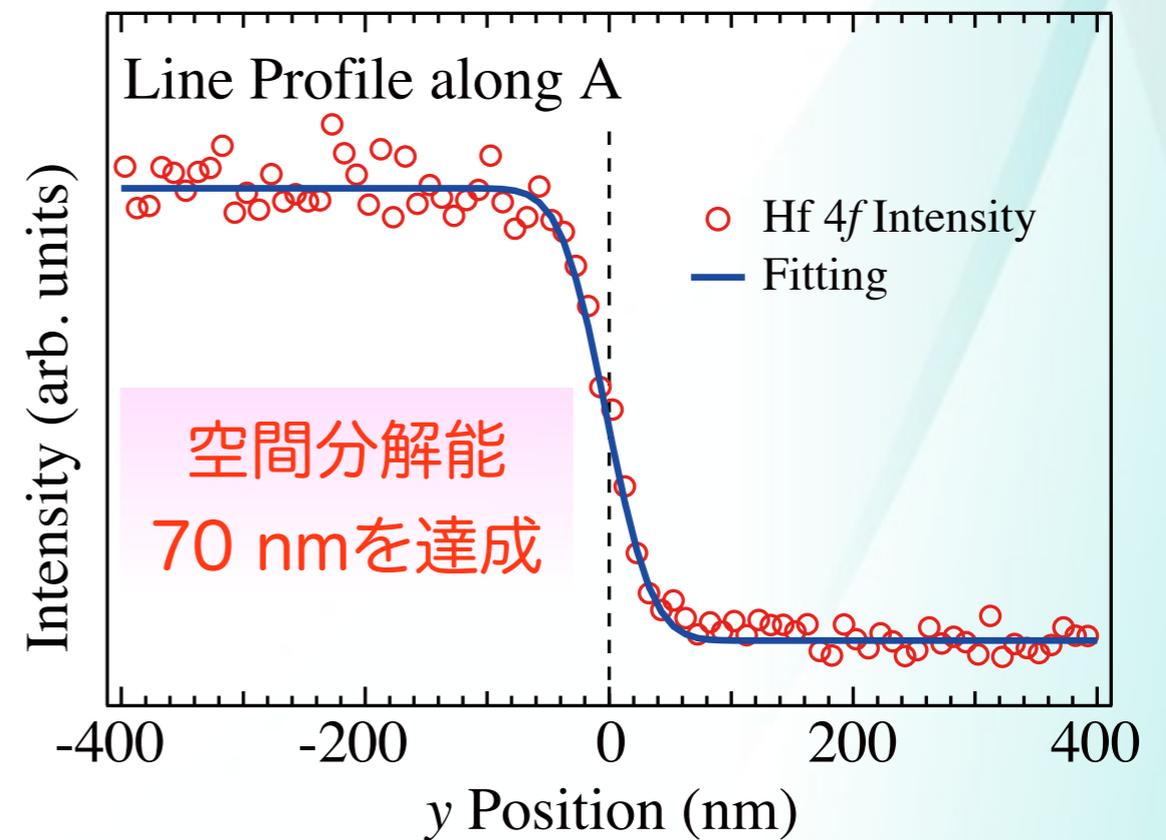
$$\sqrt{\left(\frac{1.22 \times \Delta r}{m}\right)^2 + \left(\sigma \frac{q}{p}\right)^2 + \left(2r \frac{\Delta E}{E}\right)^2}$$

回折限界
42.7 nm

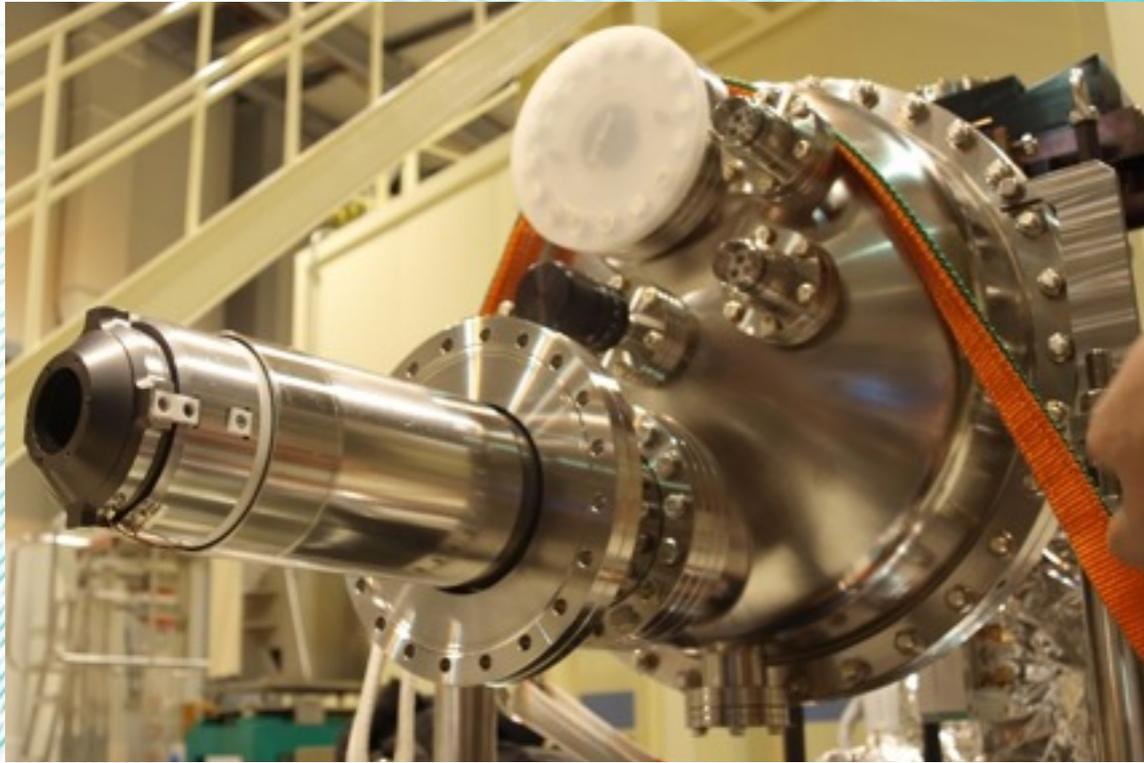
縮小率
~ 30 nm

色収差
~ 40 nm

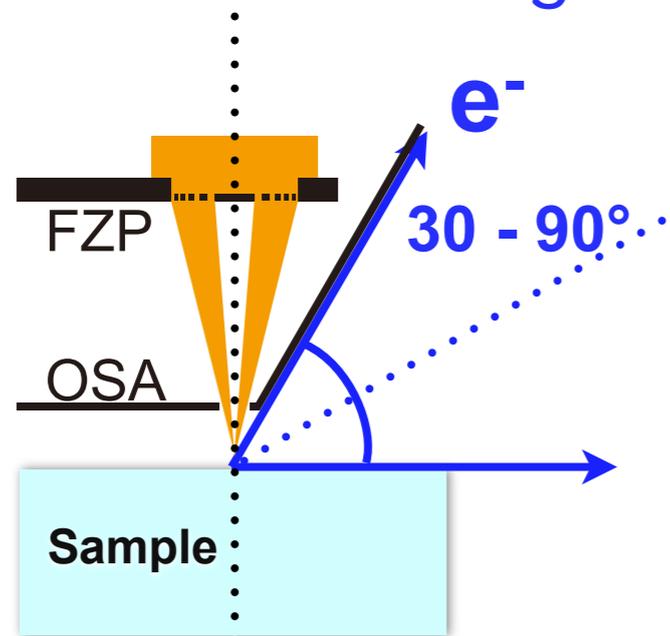
現測定条件下での理論値: ~ 66 nm



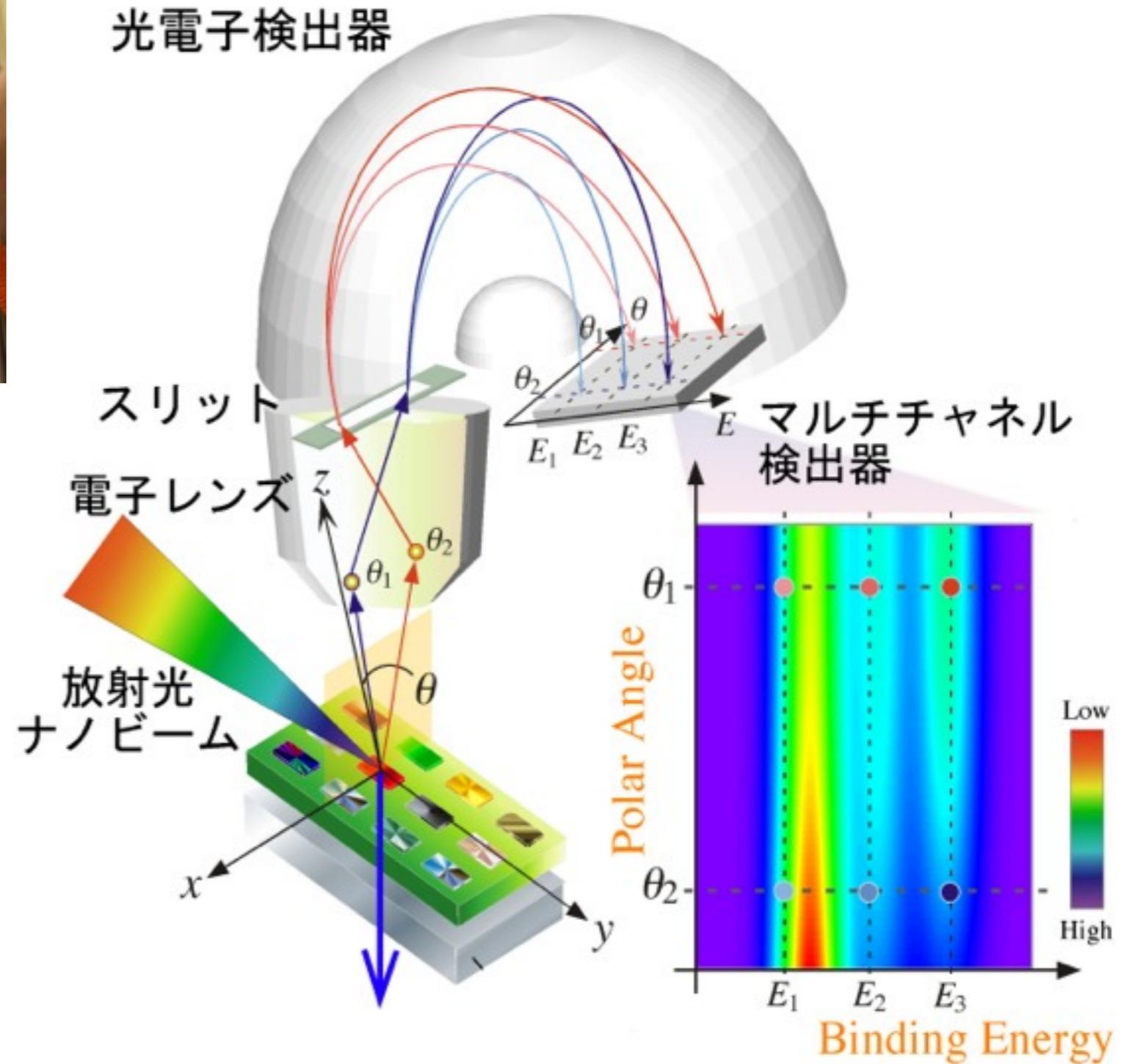
広角取込光電子アナライザ



VG Scienta R3000
with Extreme Wide Angle Lens



Acceptance angle : $\pm 30^\circ$



光電子検出器

スリット

電子レンズ

放射光
ナノビーム

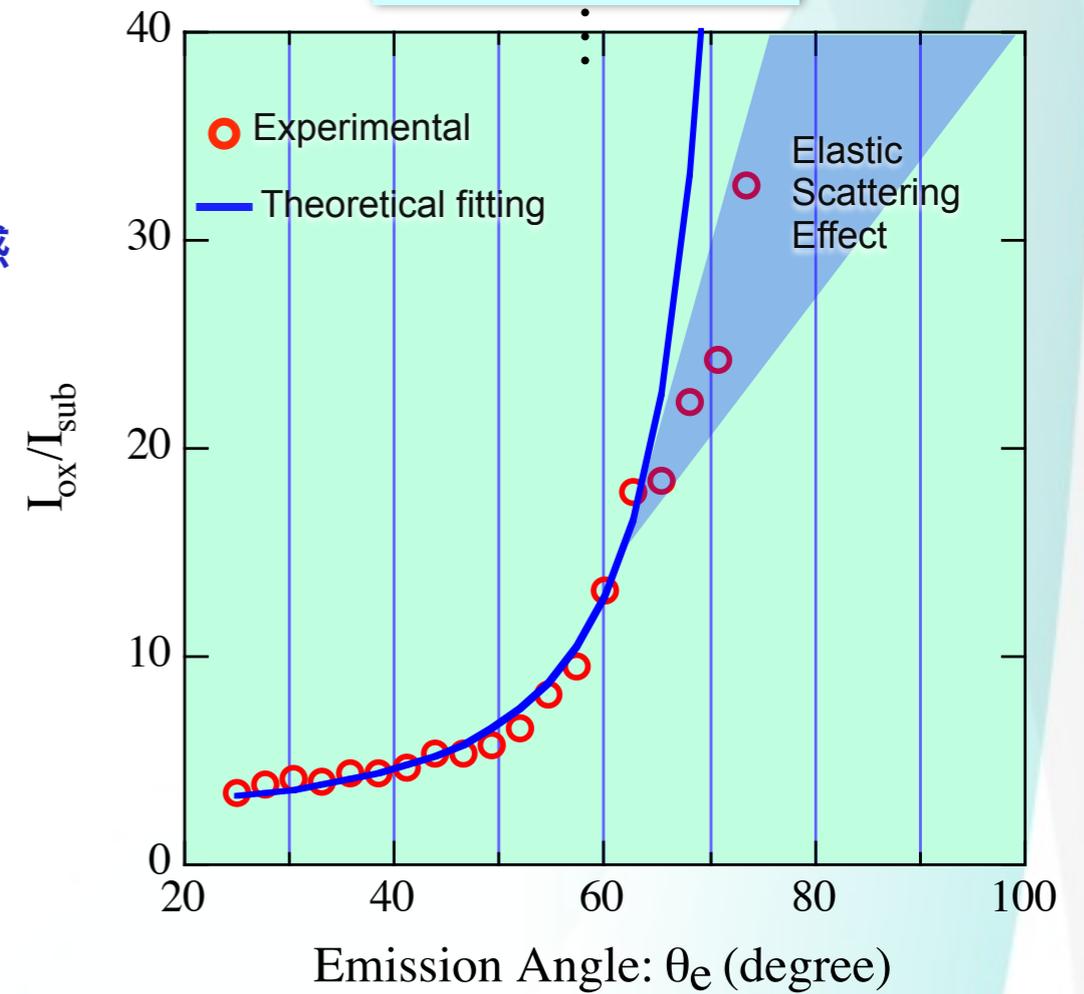
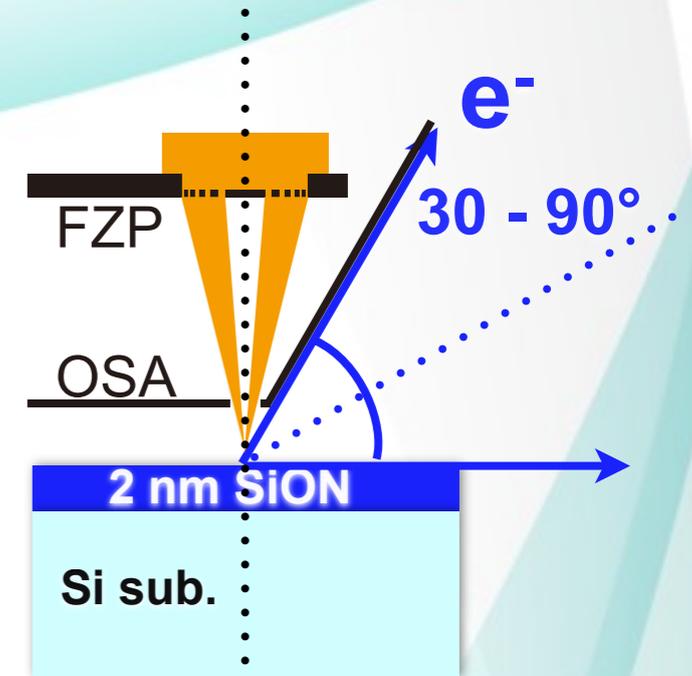
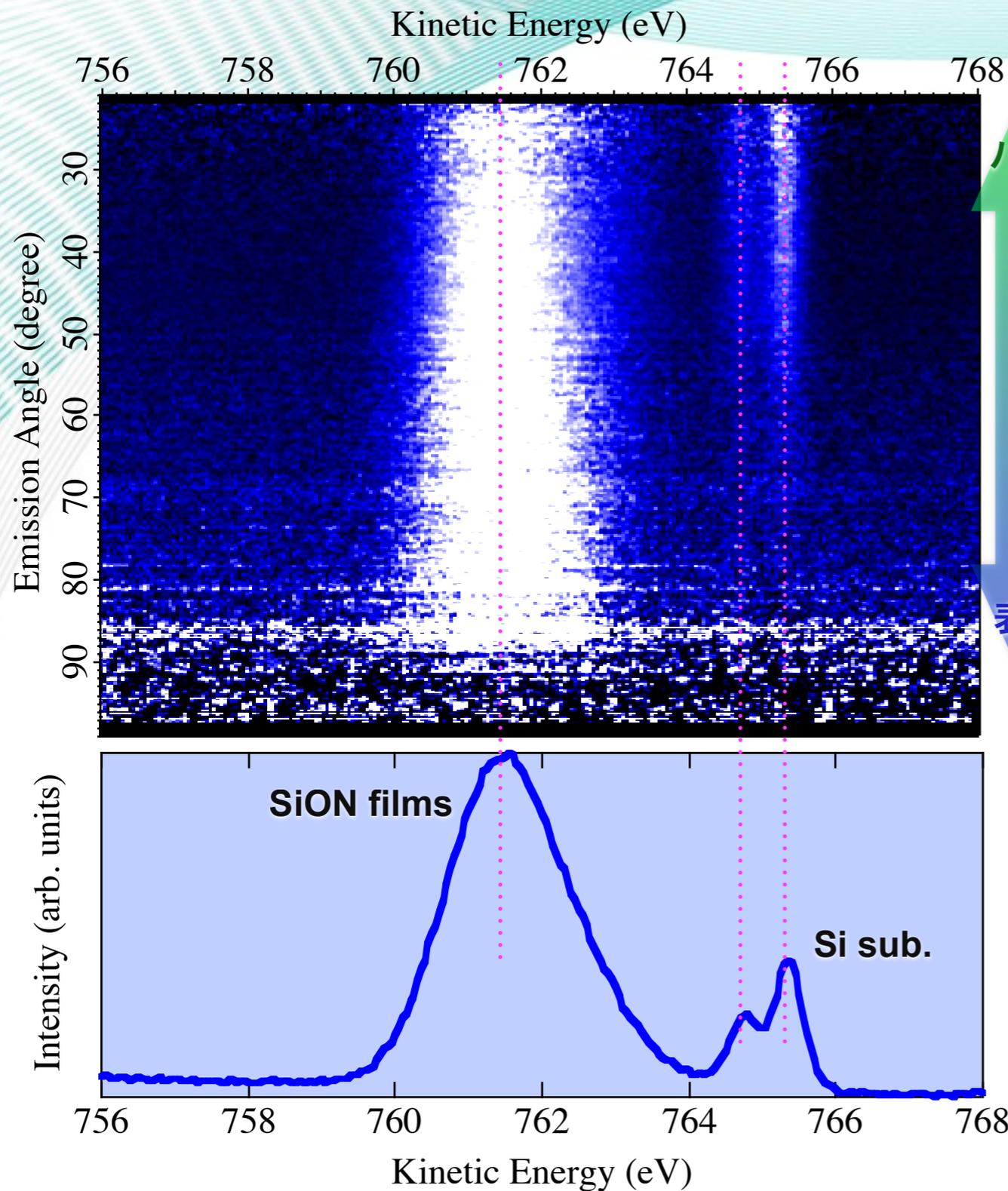
マルチチャネル
検出器

Polar Angle

Binding Energy

Low
High

広角度一括取込テスト

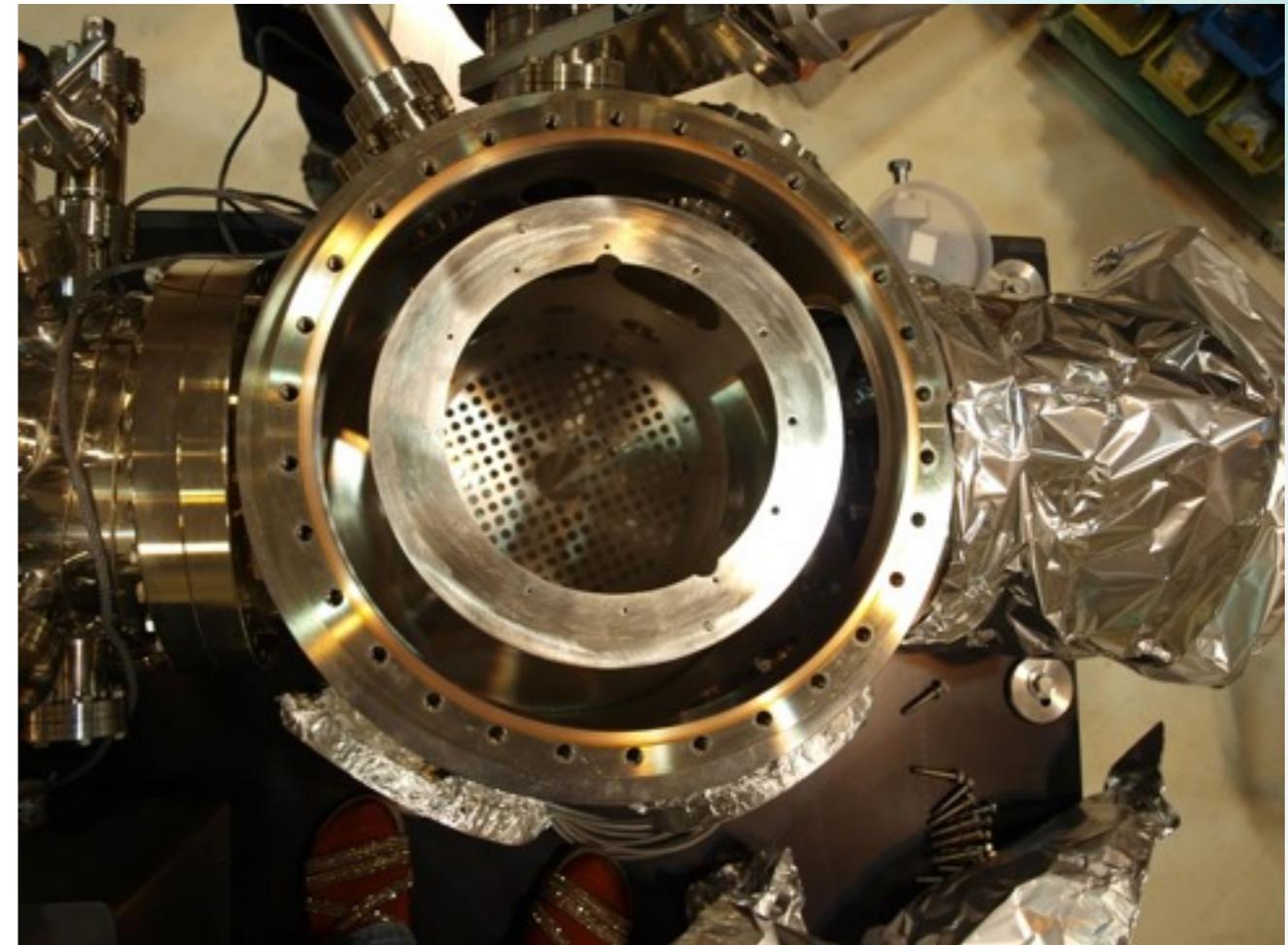
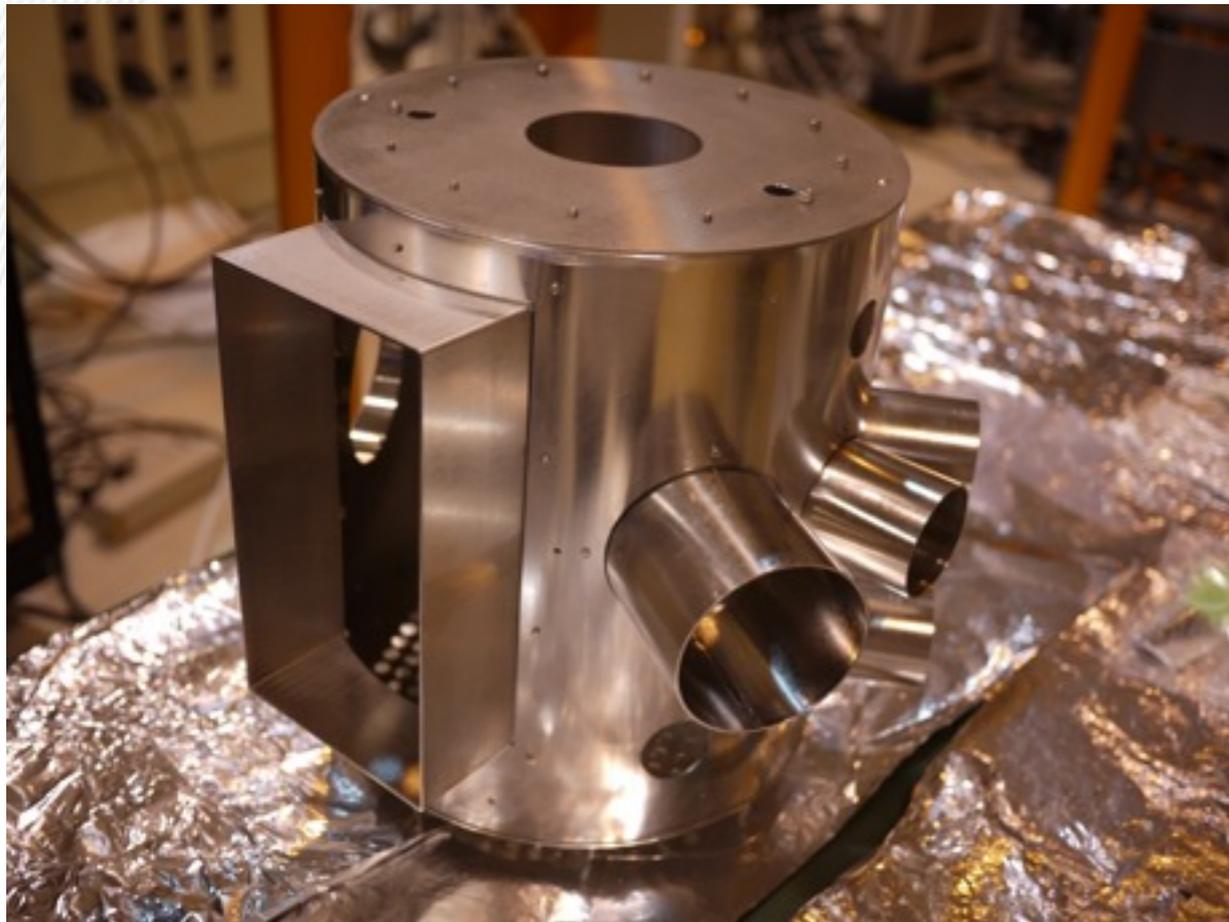
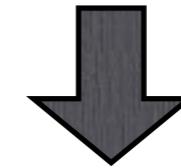
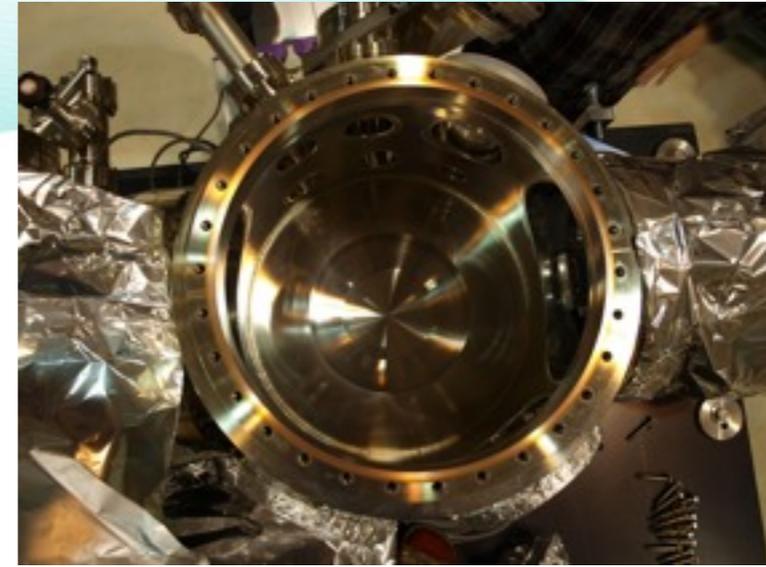


Angular dependence of Si 2p core level photoemission spectra for SiON ($T_{ON} \sim 2$ nm) / Si substrate

磁場低減のためのμメタルシールド

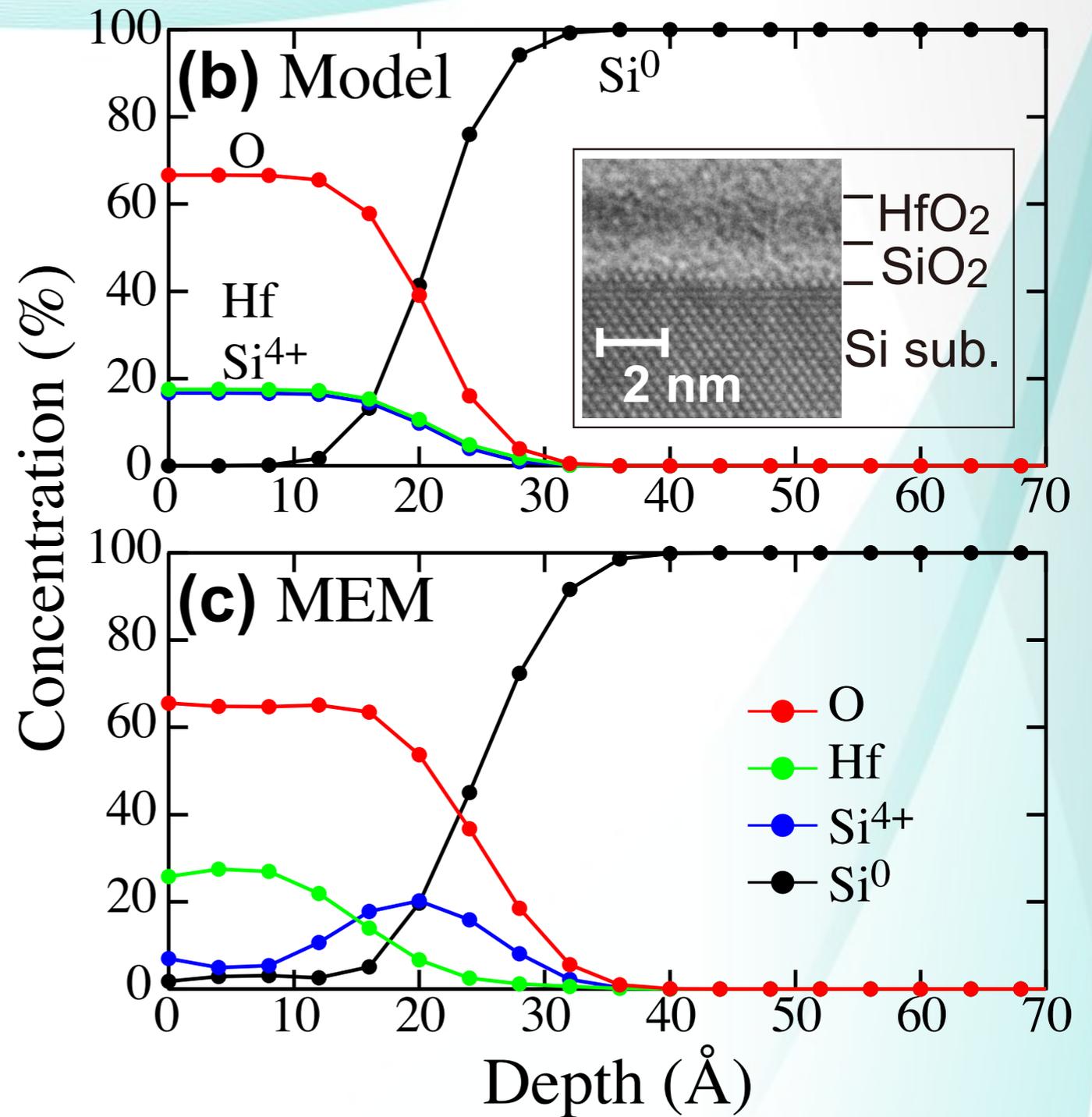
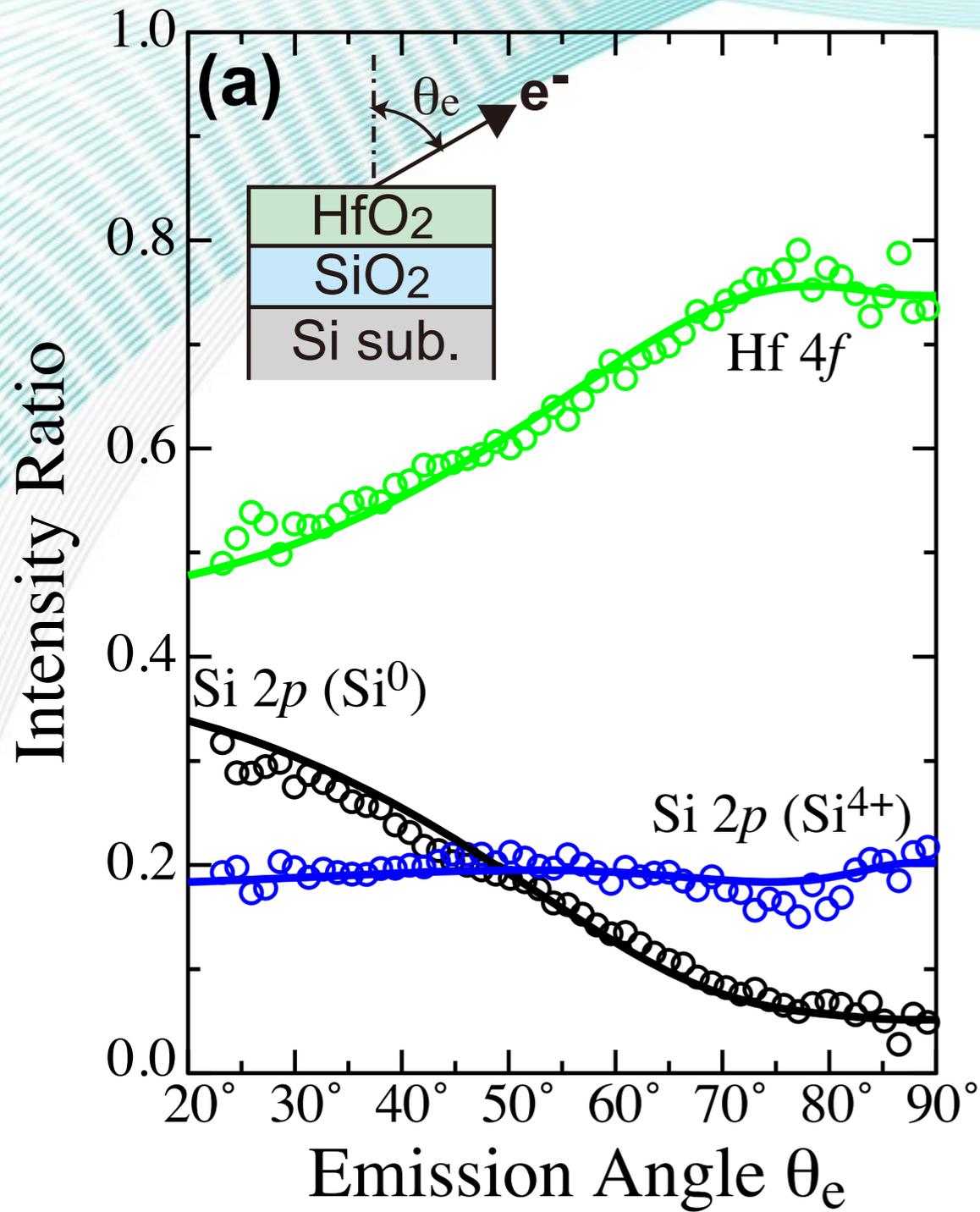
300φ (メインチャンバーは450φ)

周囲磁場 $30\mu\text{T}$ → シールド中心部 $0.4\mu\text{T}$



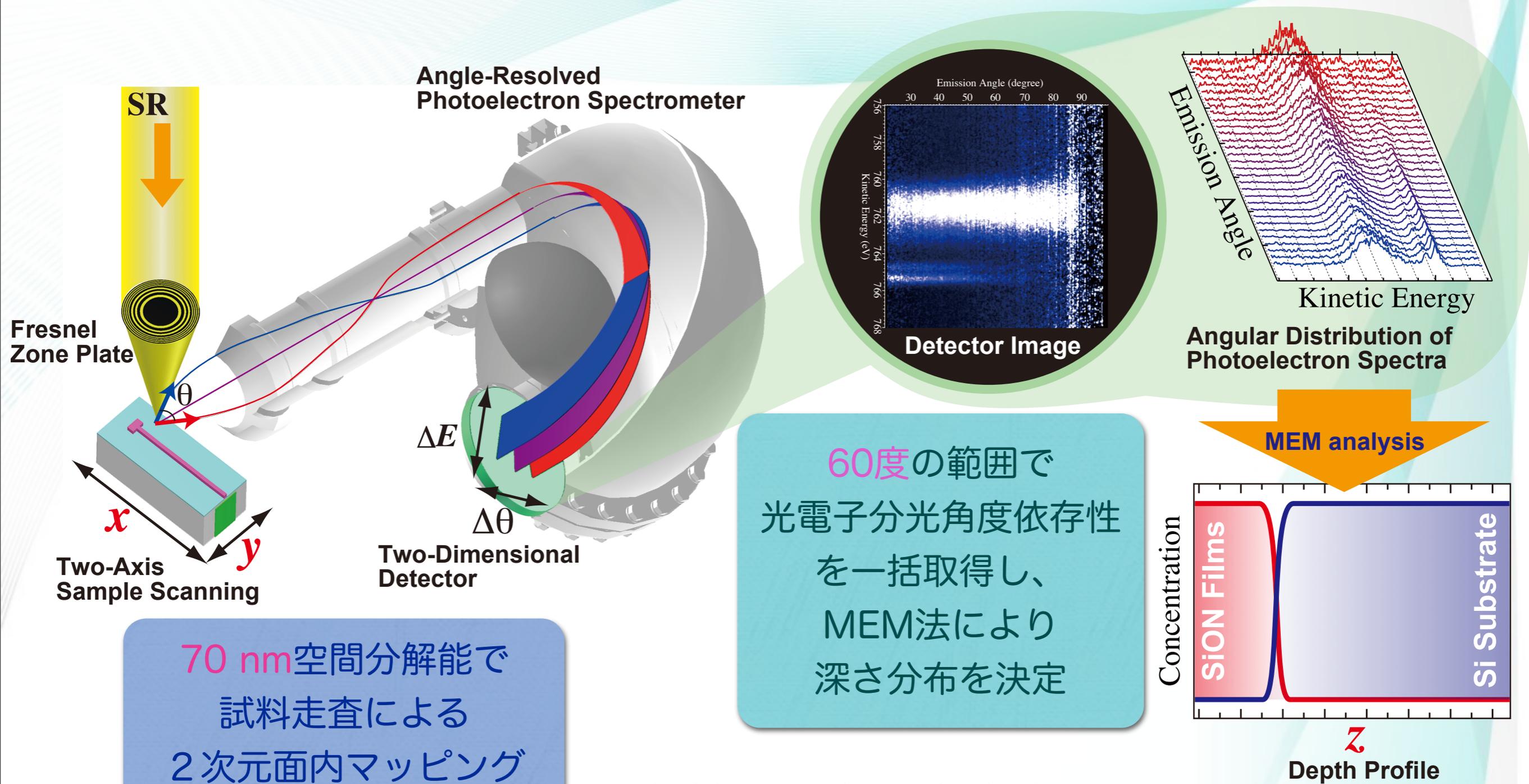
MEM解析を用いた局所深さプロファイル決定

豊田智史 (東大院工)



TEM結果を再現し、正確な深さプロファイルを得ることに成功

三次元nanoESCA



70 nm空間分解能で
試料走査による
2次元面内マッピング

60度の範囲で
光電子分光角度依存性
を一括取得し、
MEM法により
深さ分布を決定

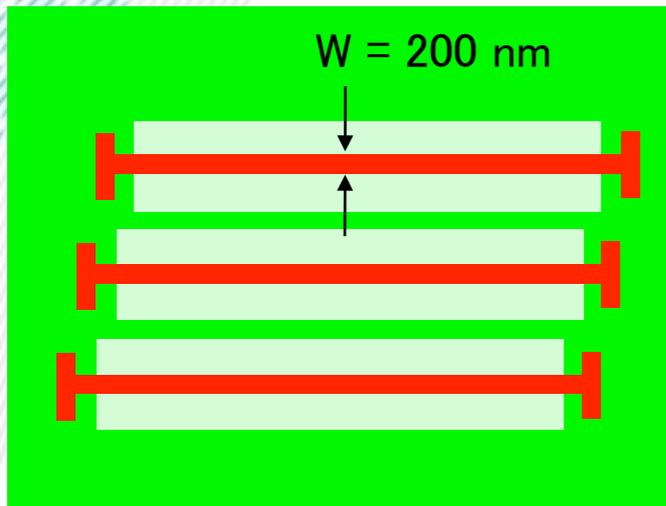
物質の3次元全方向における
ナノスケール電子状態分布を明らかにする

K. Horiba *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **82**, 113701 (2011).

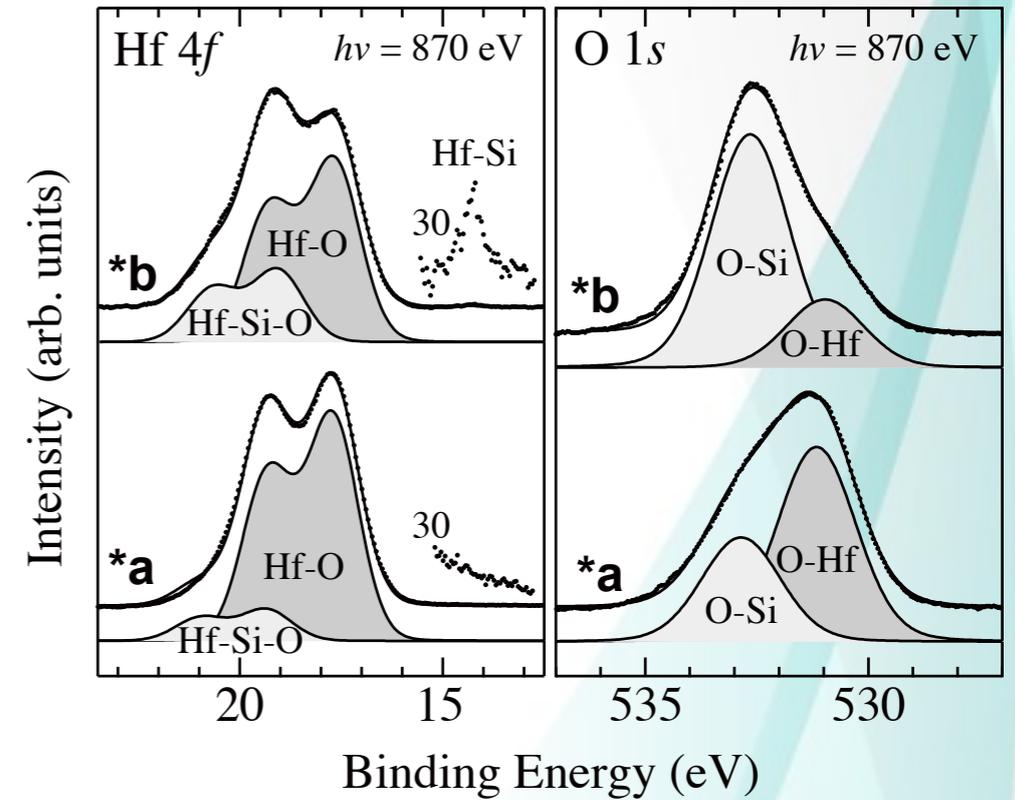
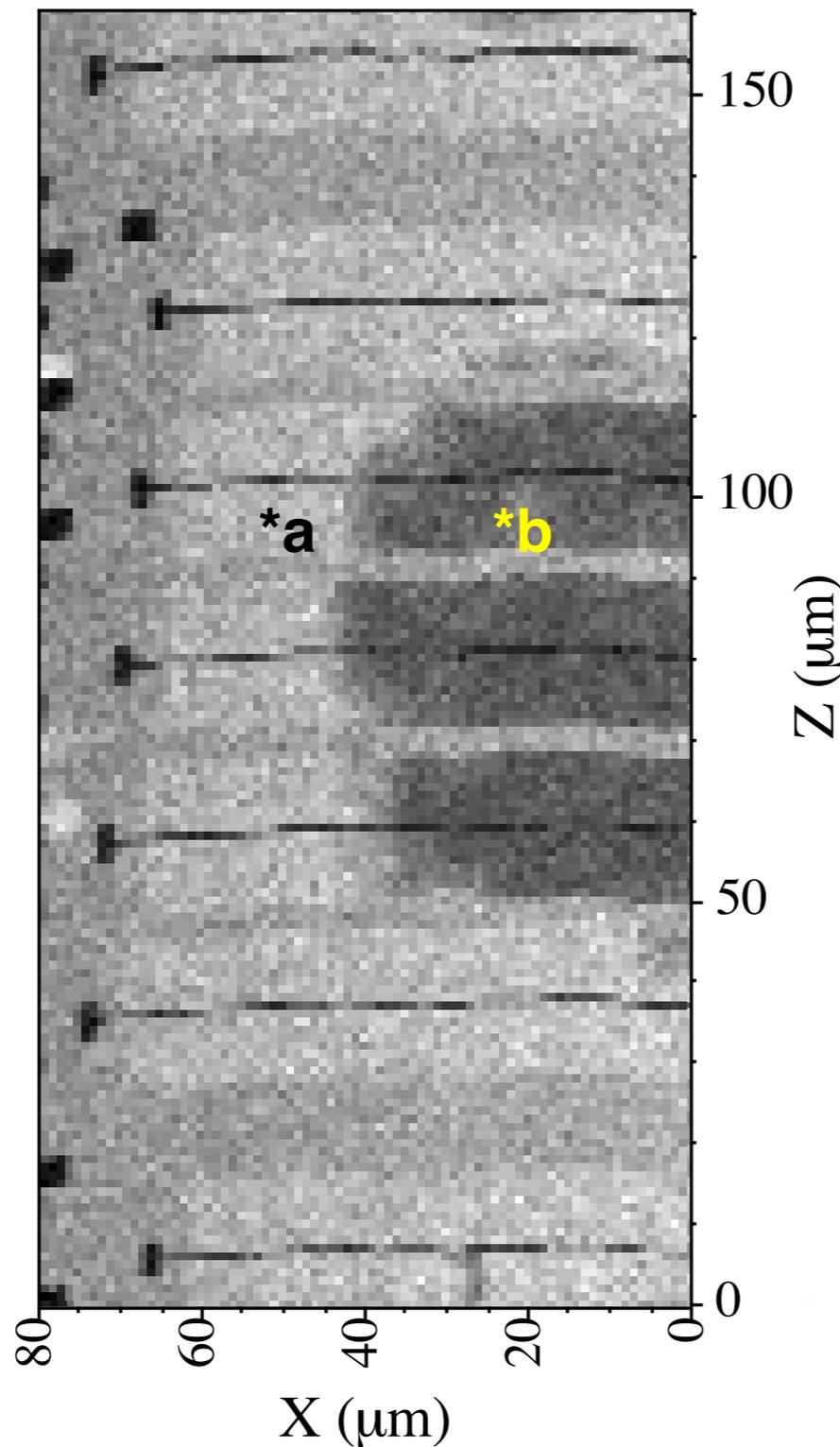
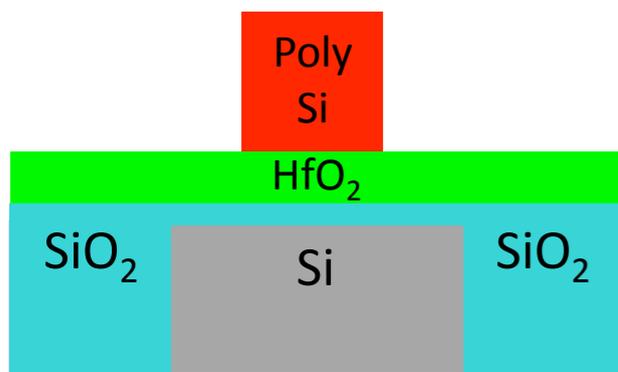
high-k MOSFETデバイスの評価

PES Map (Hf 4f)

Top view



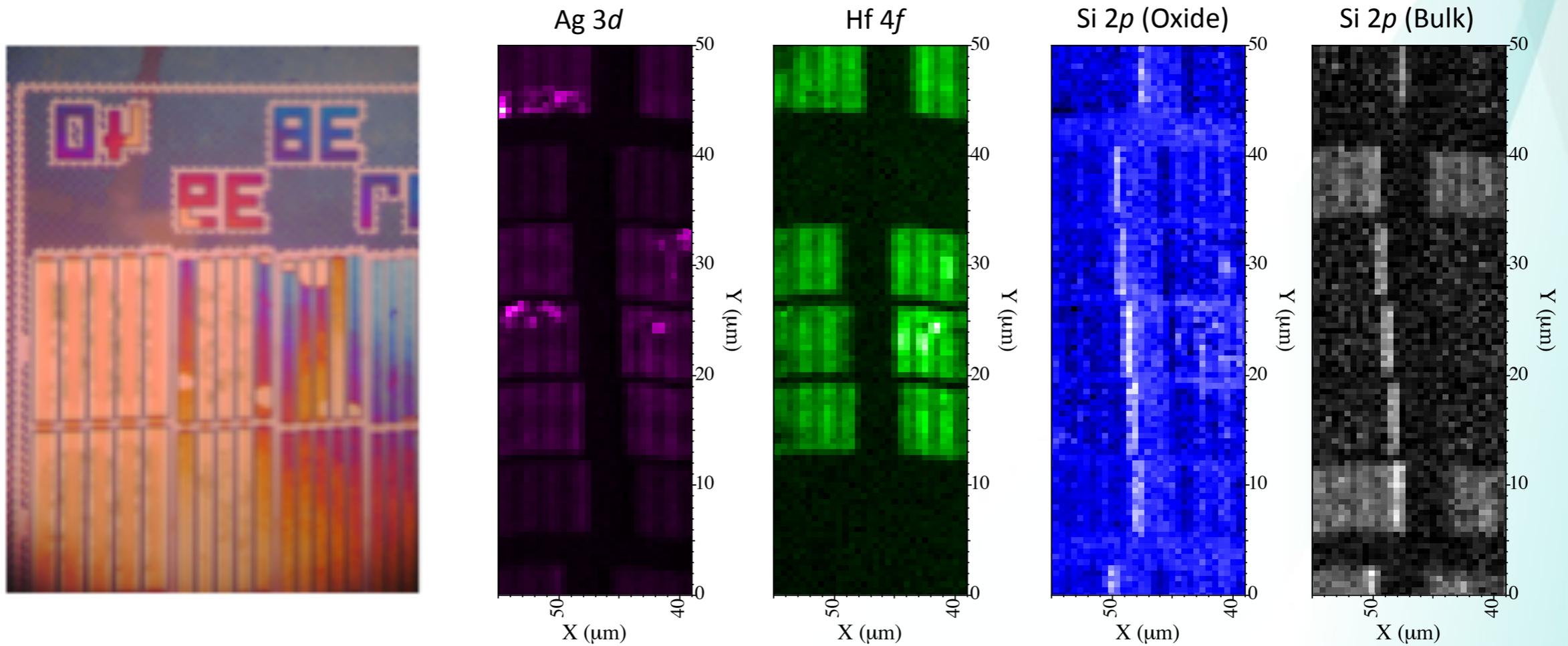
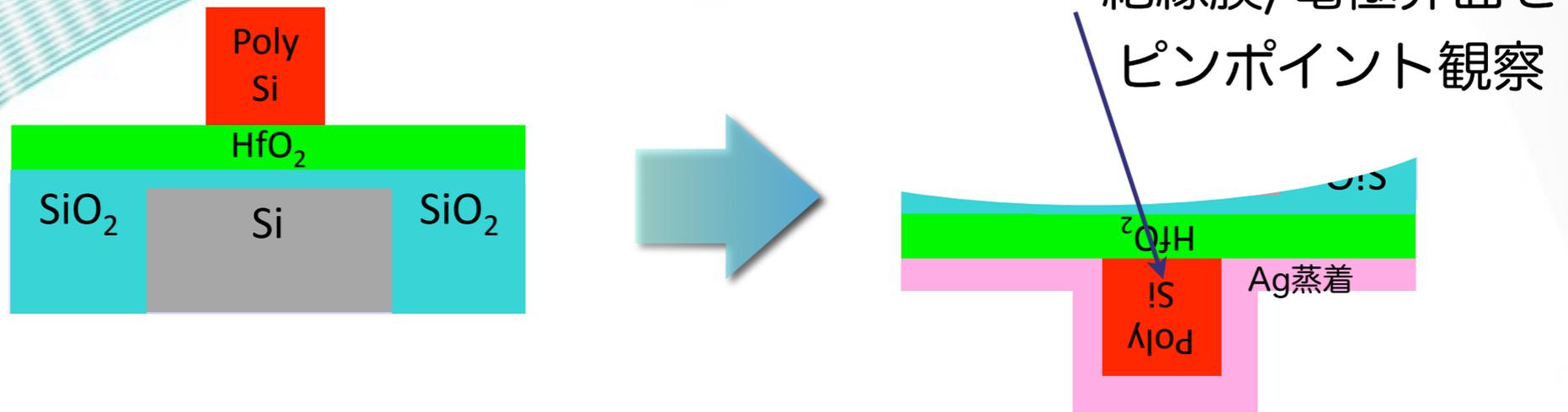
Cross-Sectional View



***b 領域**
Ar+イオンによる
オーバーエッチング&
インターミキシング

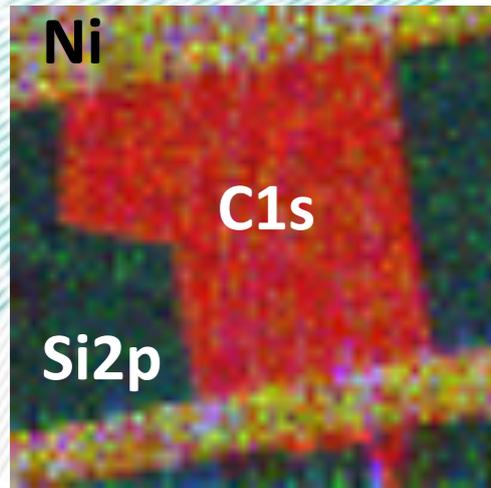
high-k MOSFETデバイス 裏面研磨測定

豊田智史、篠原稔宏（東大院工）

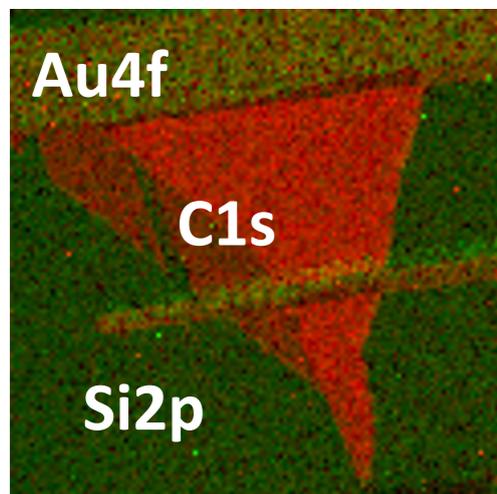


剥離グラフェンの電子状態

永村直佳 (東大院工)、吹留博一 (東北大通研)、
長汐晃輔 (東大院工)



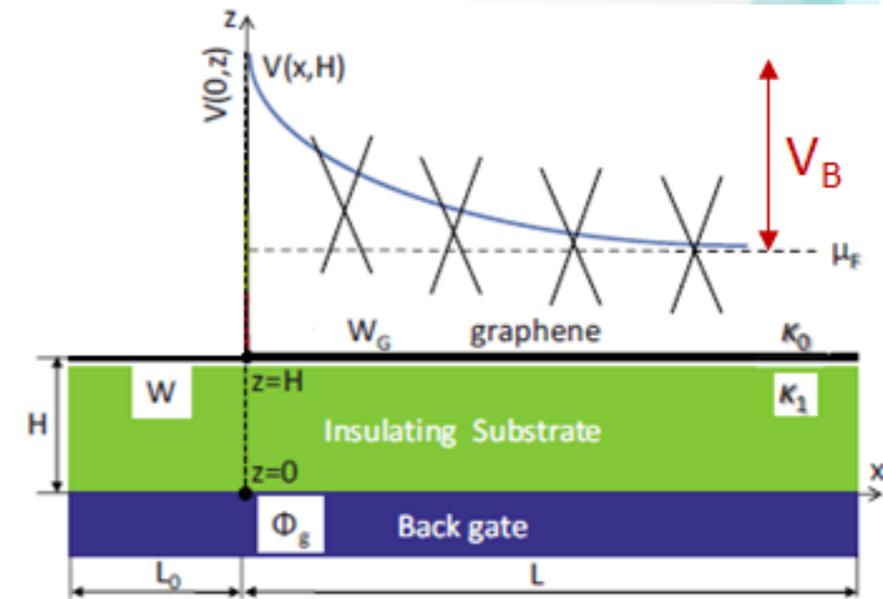
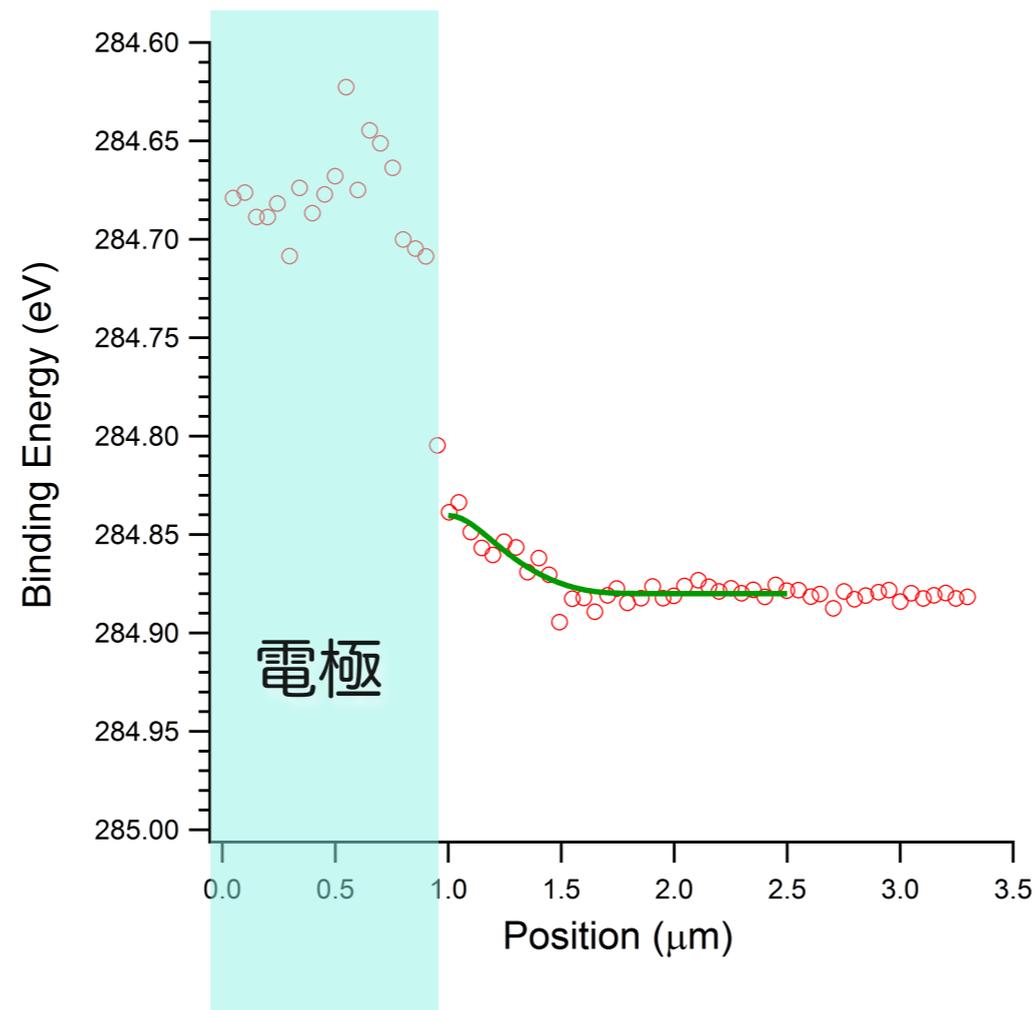
一層グラフェン



(一層 + 多層) グラフェン

(10x10 μm^2)

C1s内殻準位シフト

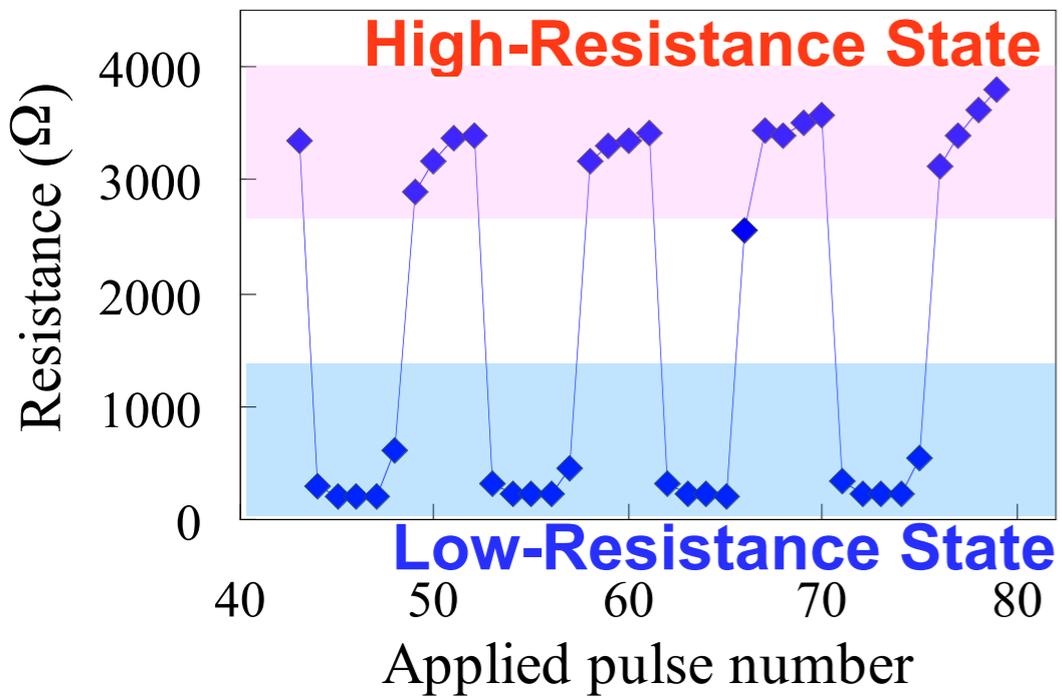


Khomyakov *et al.*, PRB **82**, 115437 (2010).

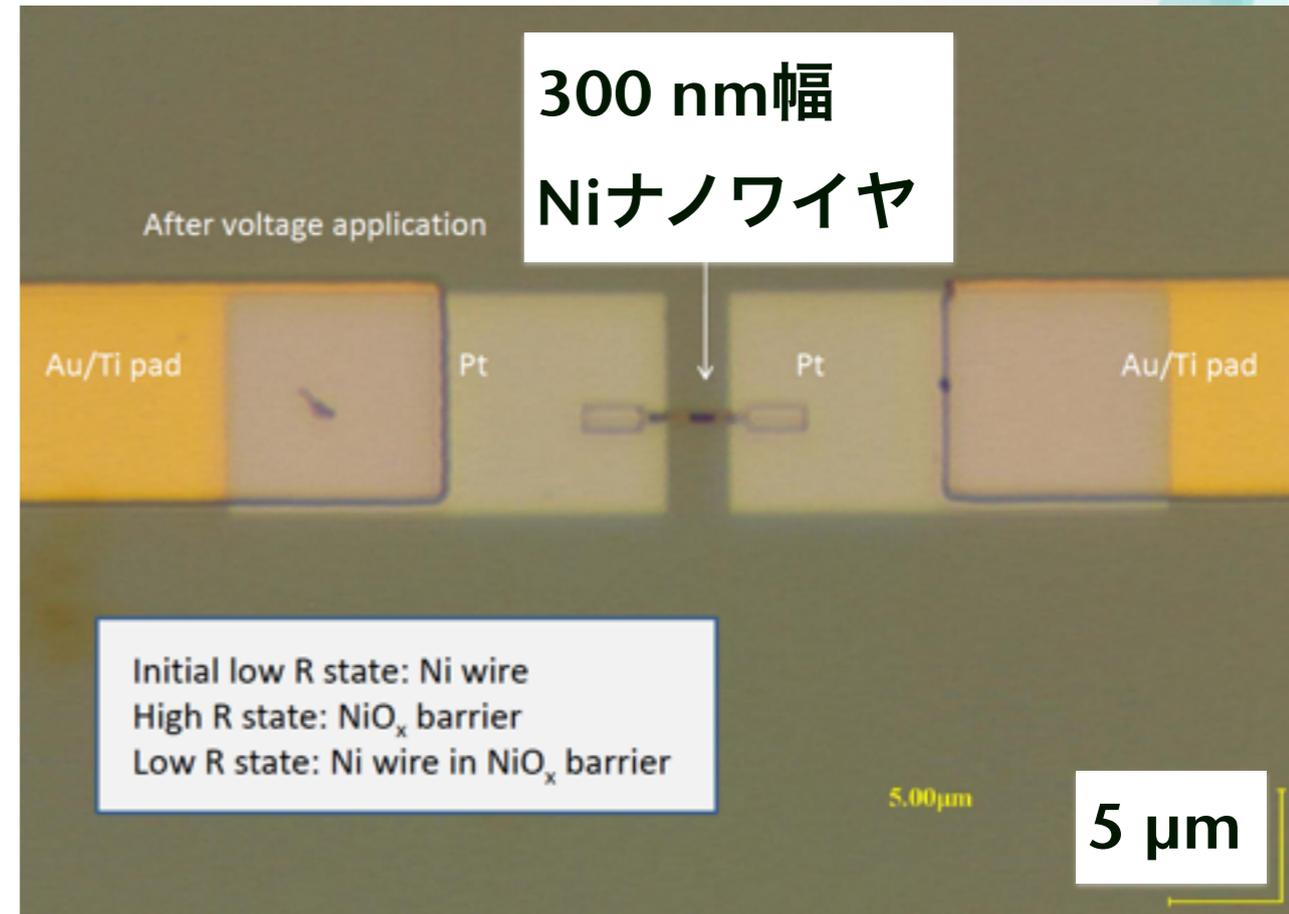
グラフェン-金属電極
間の電荷移動による
ポテンシャル変調

ナノワイヤReRAM

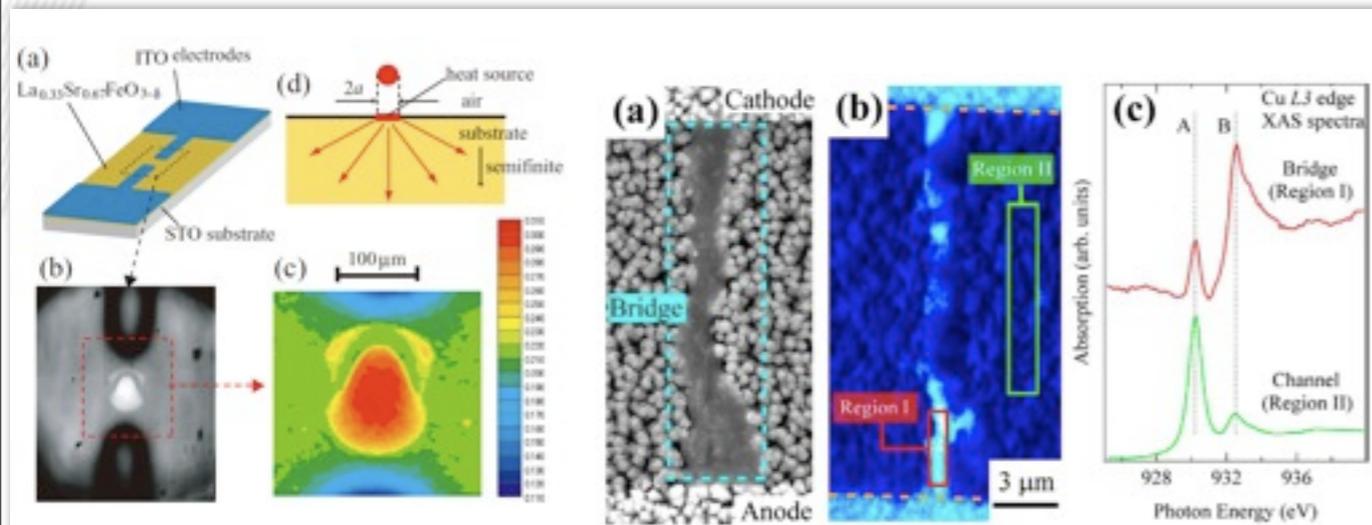
藤原宏平 (理研 現：阪大産研)



S. Q. Liu et al., Appl. Phys. Lett. **76**, 2749 (2000).



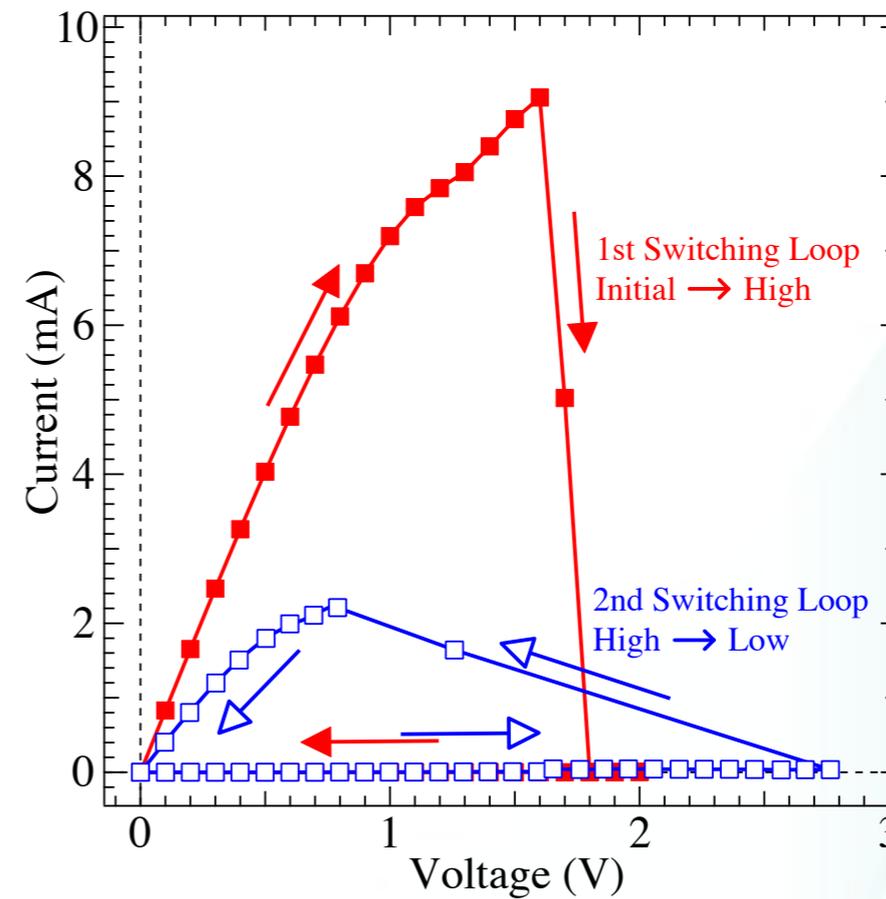
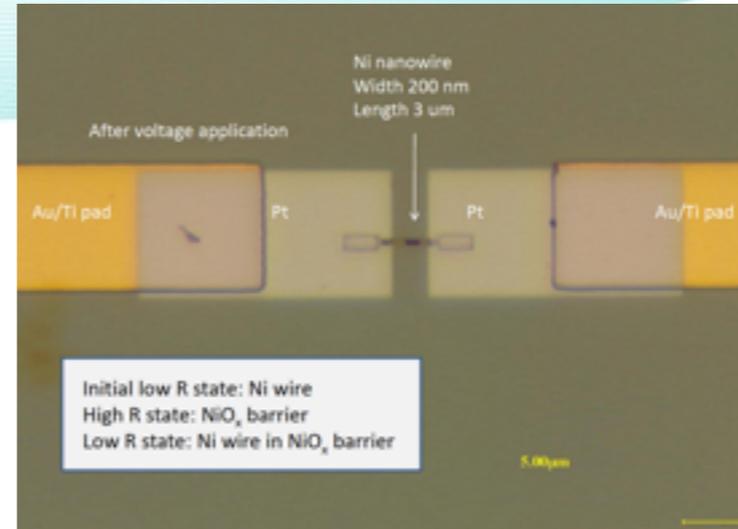
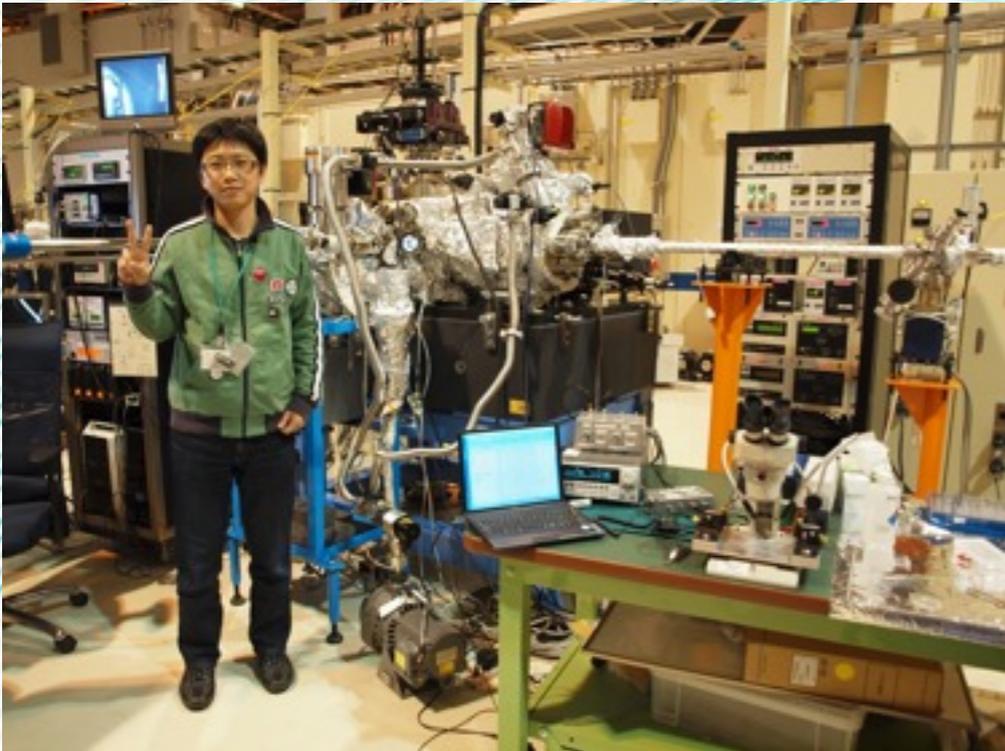
Motivation: 低抵抗状態における
フィラメントの金属状態の直接観測



K. Azumi et al., Phys. Rev. B. **79**, 121101(R) (2009).

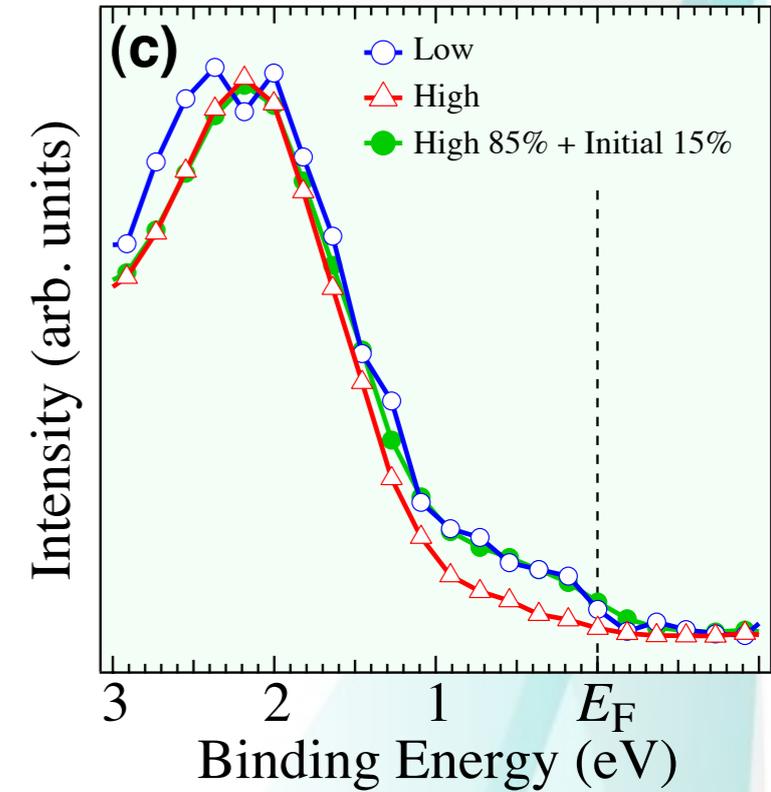
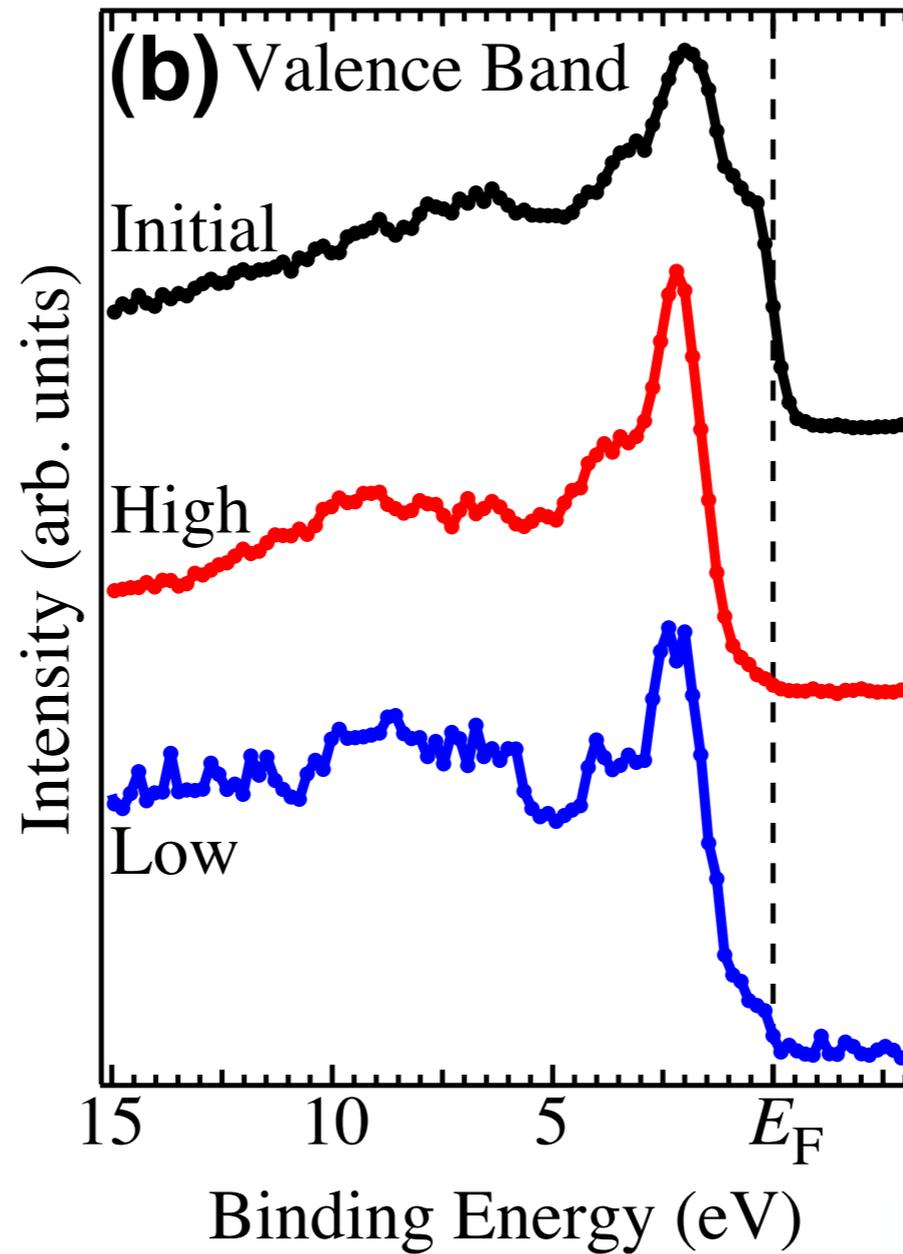
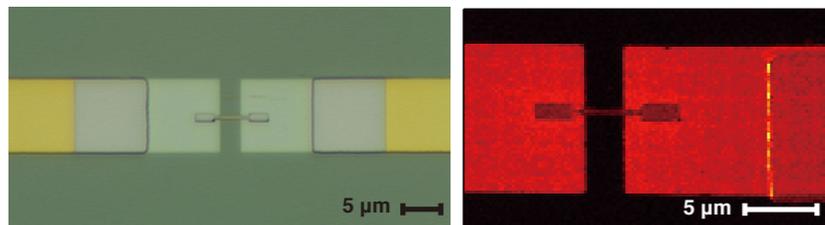
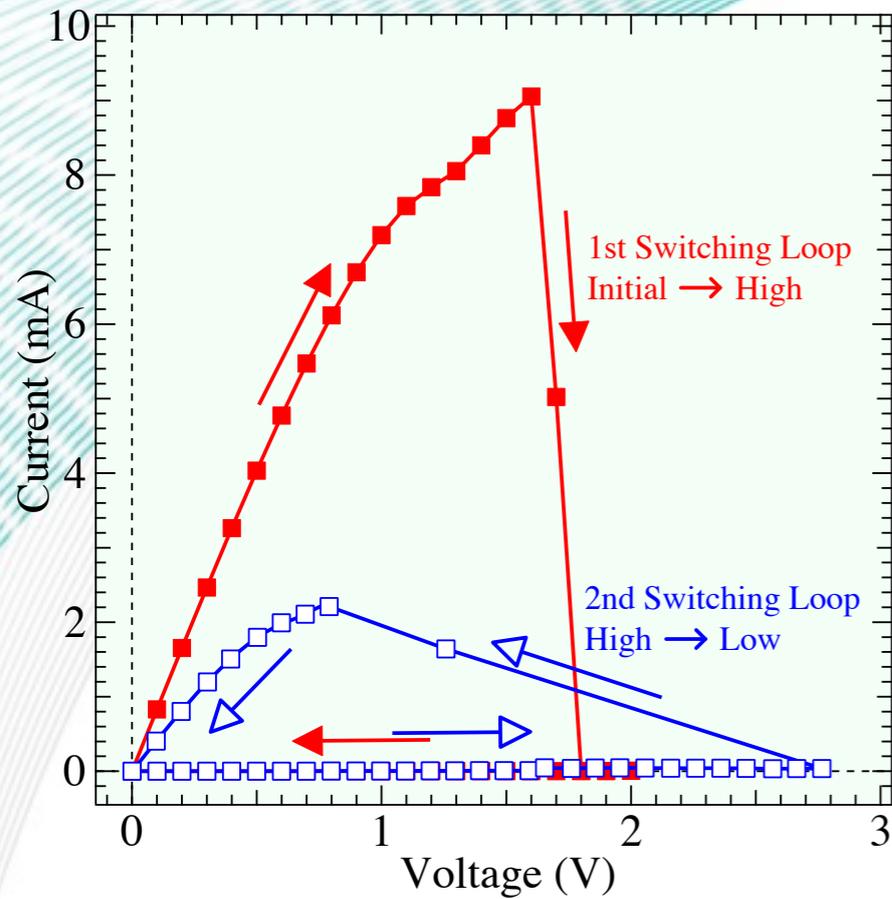
R. Yasuhara et al., Appl. Phys. Lett. **95**, 012110 (2009).

On-siteでのReRAMスイッチング



同一素子をon-siteでスイッチング
動作させて変化を観察

低抵抗状態における再金属化の直接観察

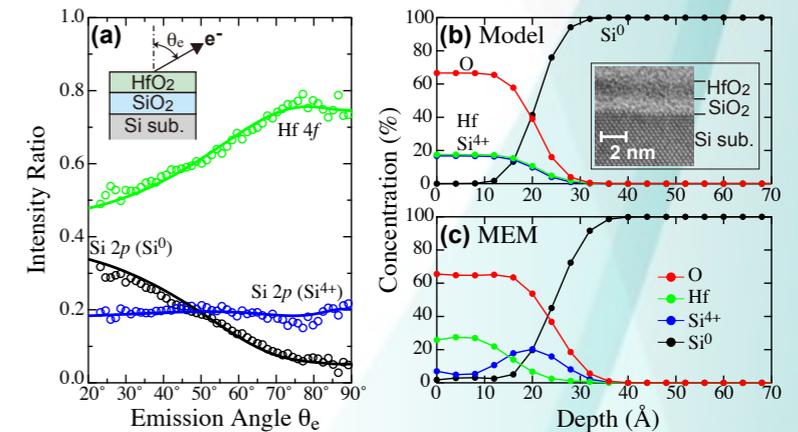
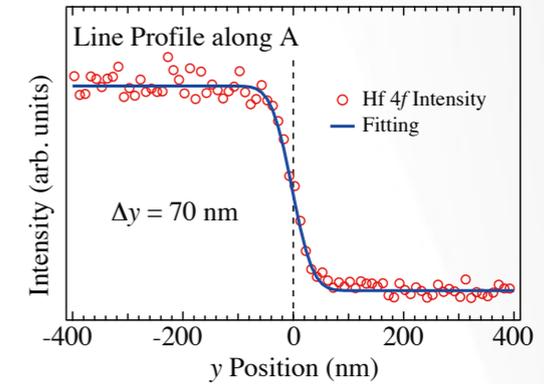
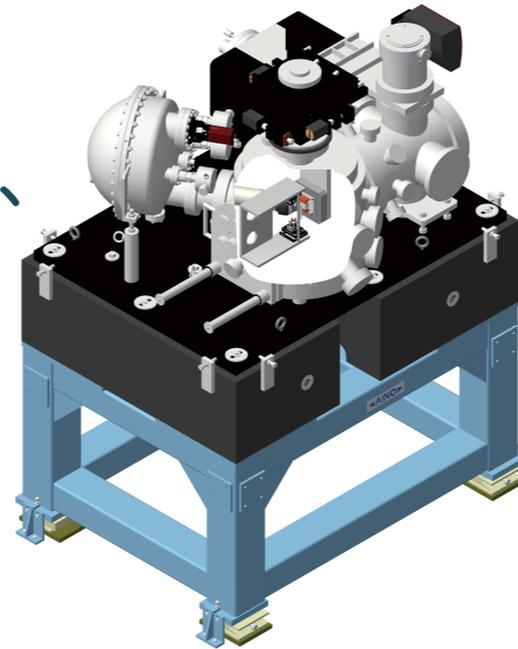


金属状態の再出現を
直接観察することに成功



まとめ

三次元nanoESCA装置の建設を行い、
現在、空間分解能70nmでの面内分布、
60度の取込角での深さプロファイル
が可能となっている。



三次元nanoESCA装置は東大アウトステーション
の共同利用装置として開放され、半導体デバイス、
グラフェン、ReRAMデバイス等の様々な
ナノ材料、ナノデバイスの開発が
進められている。

