

ISSPワークショップ 「東京大学アウトステーション (SPring-8 BL07LSU) での物性研究の新展開」
2011年3月8日 東京大学物性研究所 柏キャンパス

3DナノESCA開発の現状と 今後の研究展開

東京大学大学院工学系研究科

堀場弘司

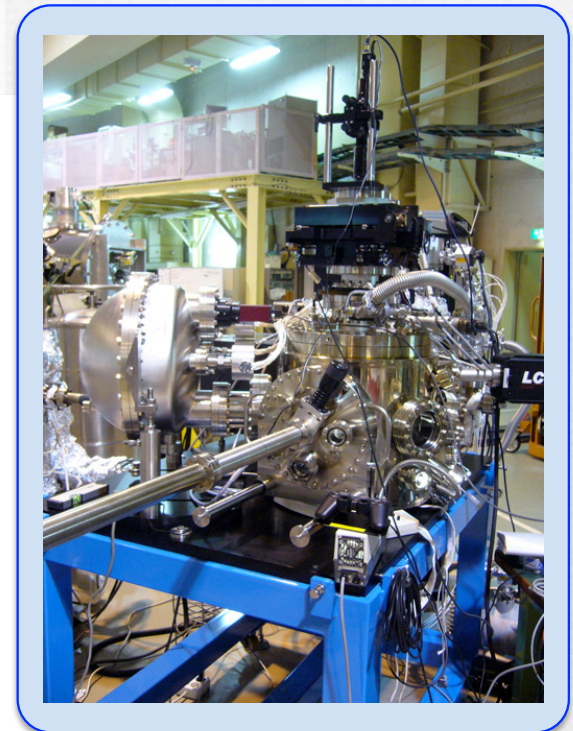
Acknowledgements

東大院工：中村友紀、黒角翔大、
永村直佳、豊田智史、
組頭広志、尾嶋正治

高工研：雨宮健太



JASRI/SPring-8：
仙波泰徳、大橋治彦

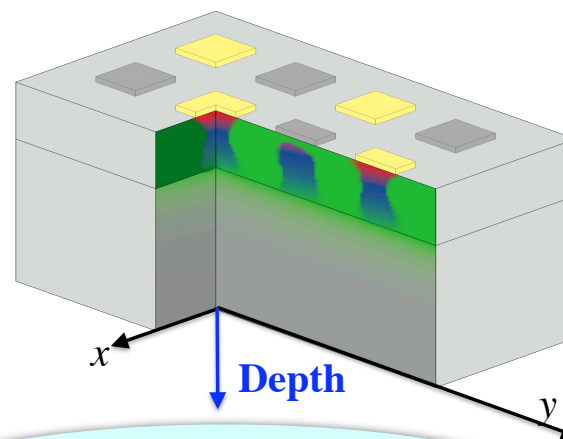
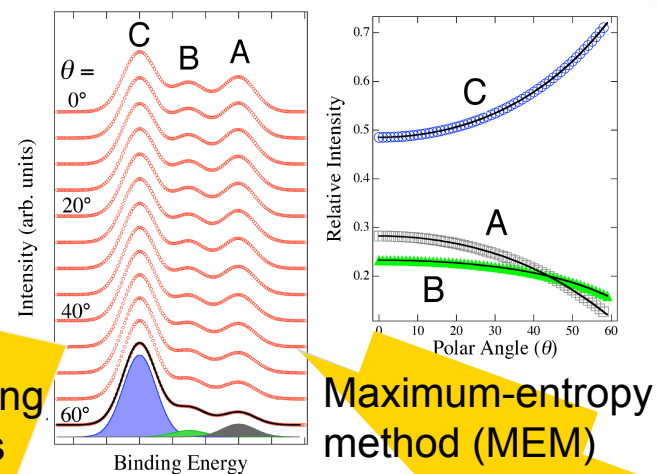
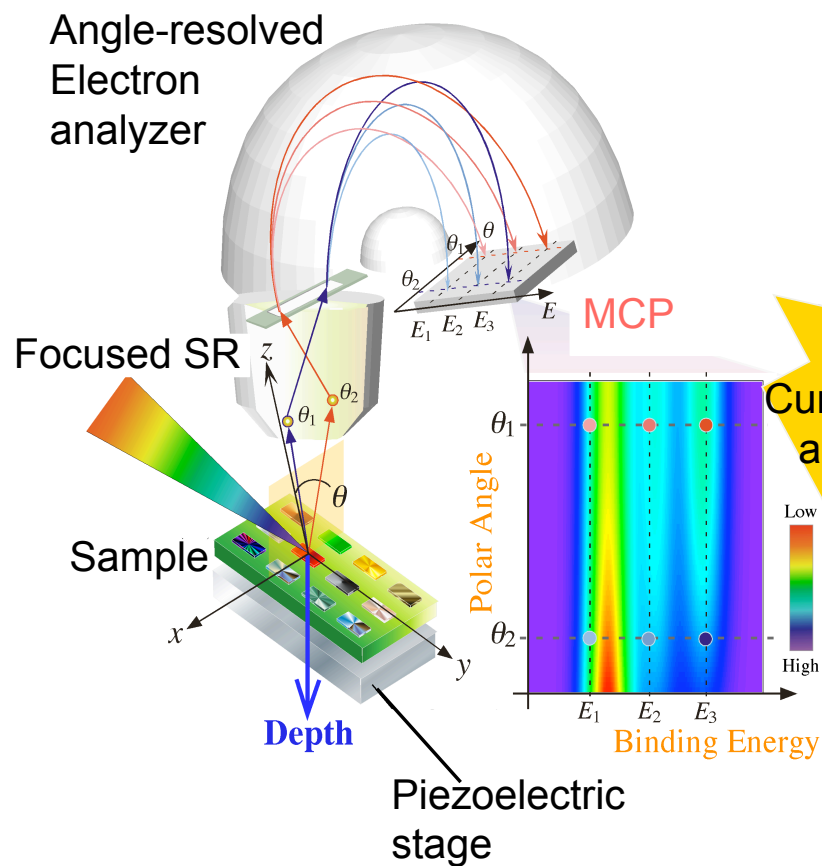


Time-resolved
soft x-ray spectroscopy

3D nano-ESCA

Ultra high-resolution
soft x-ray emission
spectroscopy

3DナノESCAとは



放射光をナノビーム集光し、
試料を二次元面内にスキャン (X and Y)

光電子放出角度依存性から
電子状態の深さ方向分布を得る (Z)

電子状態の三次元 (X, Y + Z) ナノスケールマッピング

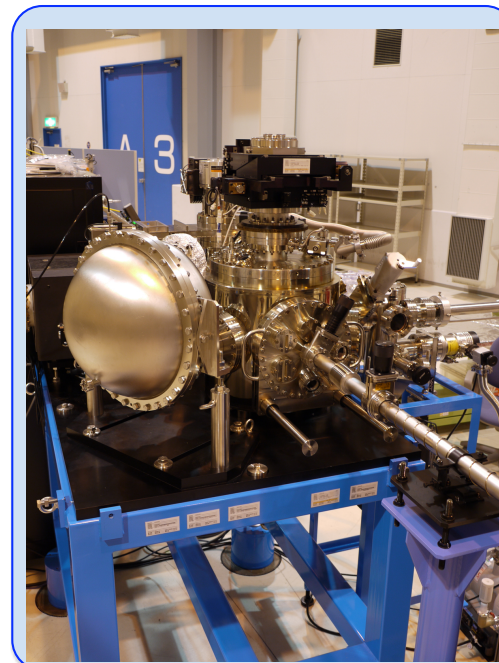
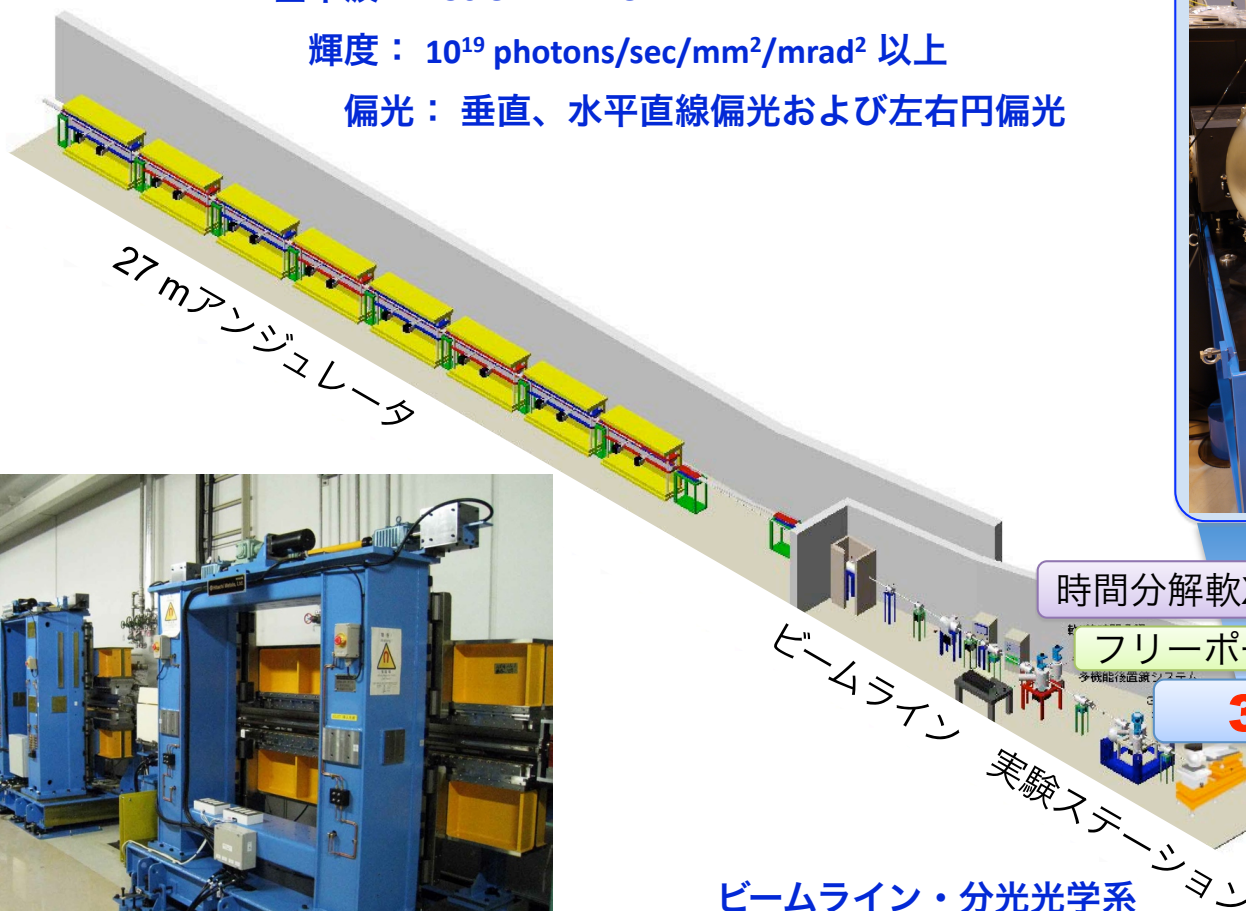
SPring-8東京大学アウトステーションビームライン BL07LSU

アンジュレータ型式： 偏光制御軟X線アンジュレータ

基本波： 250 eV ~ 2 keV

輝度： 10^{19} photons/sec/mm²/mrad² 以上

偏光： 垂直、水平直線偏光および左右円偏光



ビームライン・分光光学系

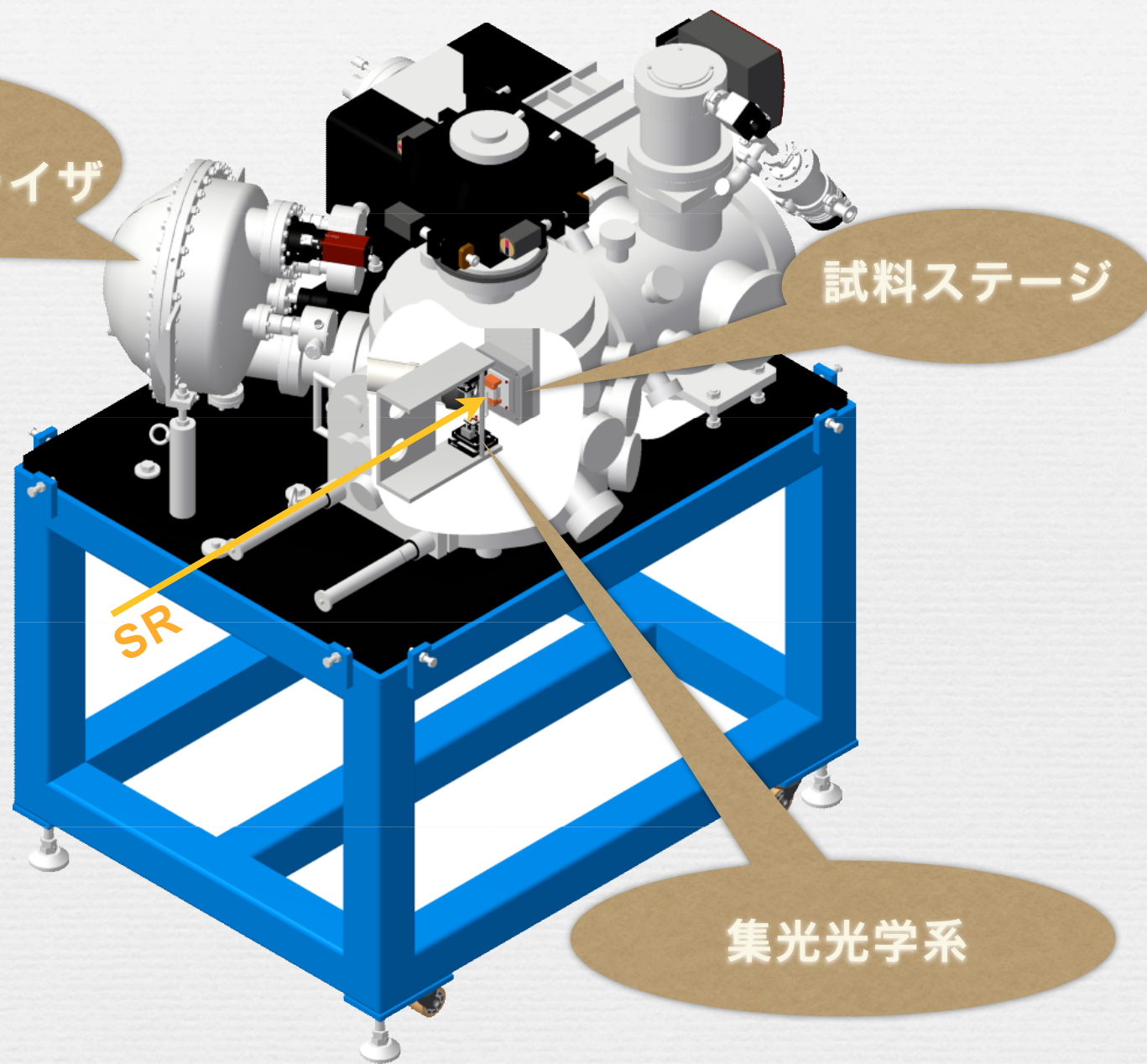
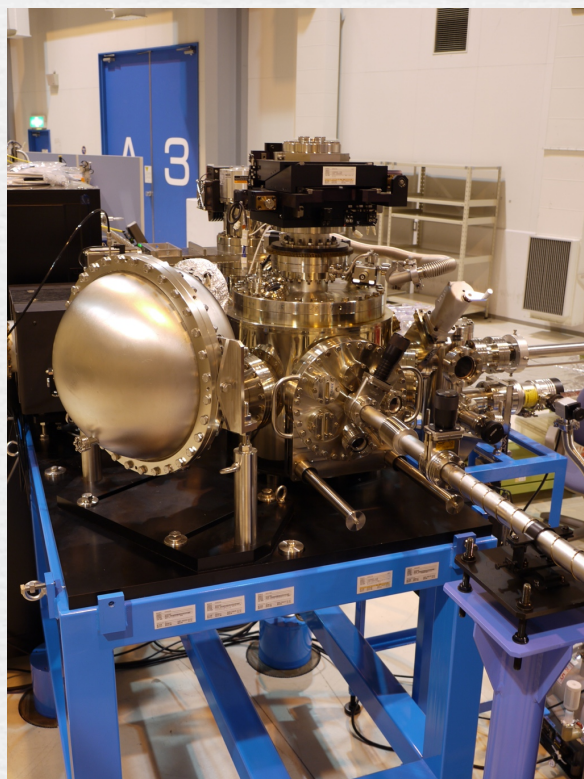
不等刻線間隔平面回折格子分光器(VLSPGM)

エネルギー範囲： 250 eV ~ 2 keV

分解能： $E/\Delta E \sim 10,000$ 以上

Chamber Design

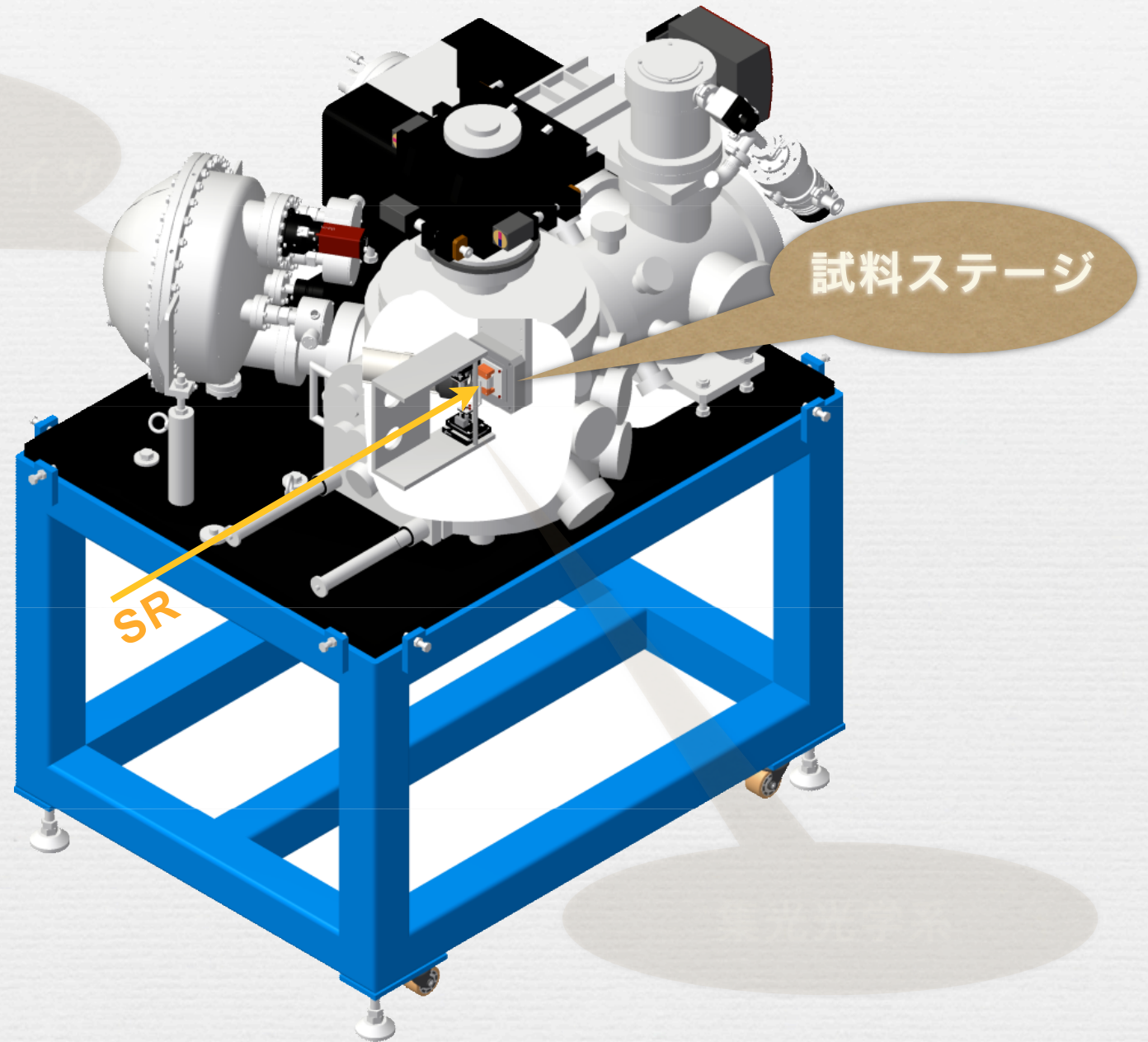
広角度一括取込
角度分解光電子アナライザ



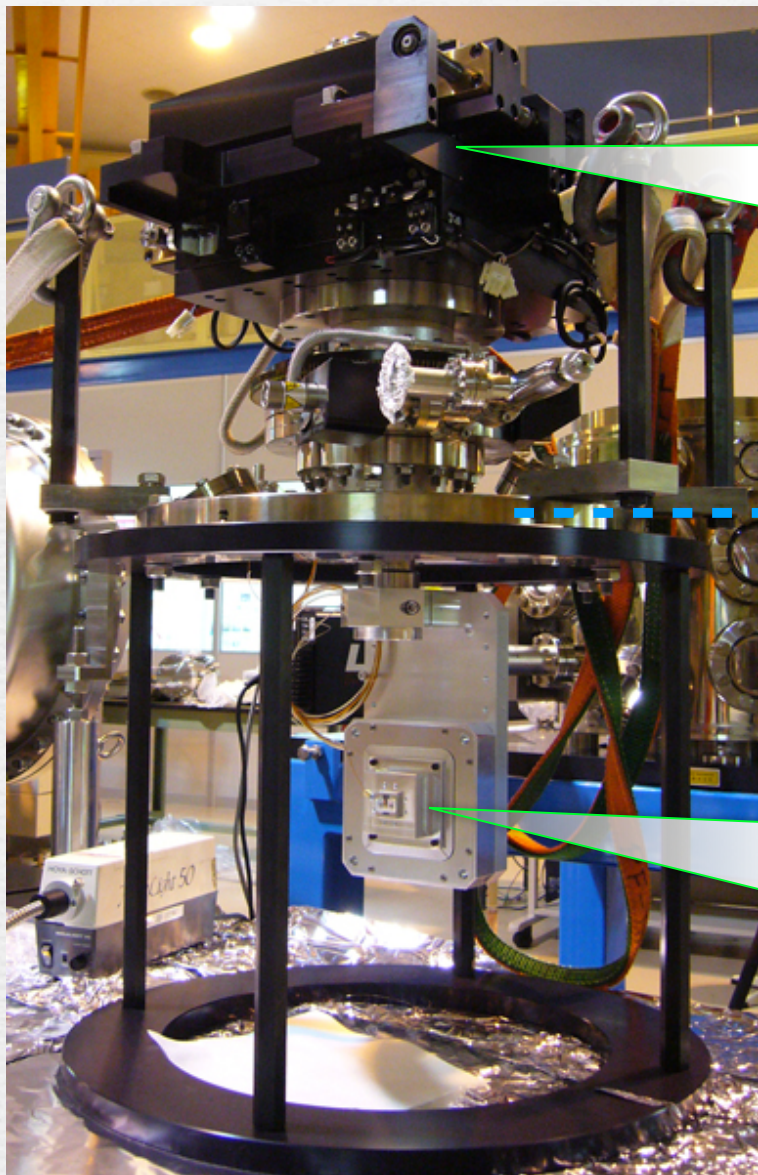
試料ステージ

集光光学系

Chamber Design



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

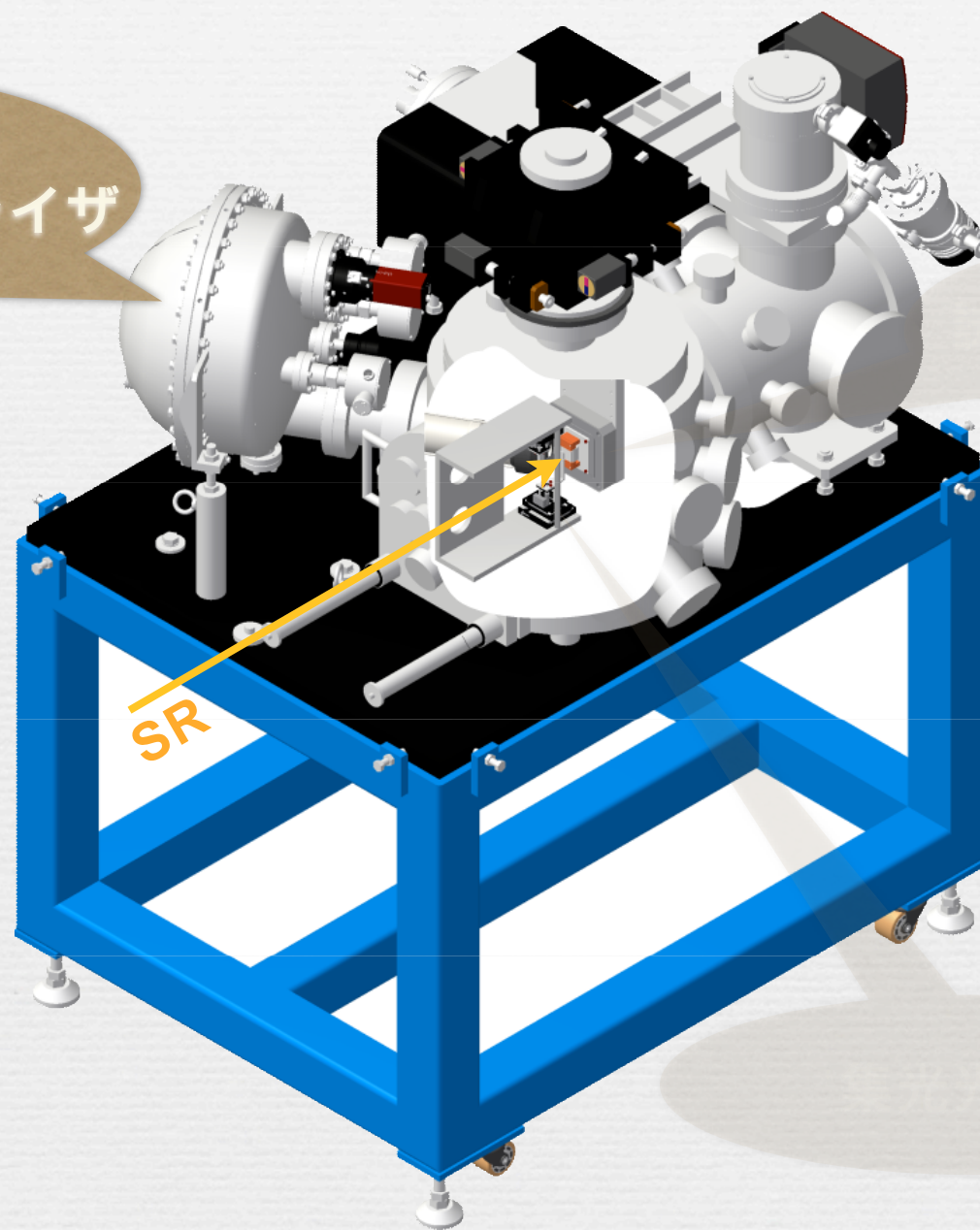
駆動: ピエゾ

移動距離: 100 μm

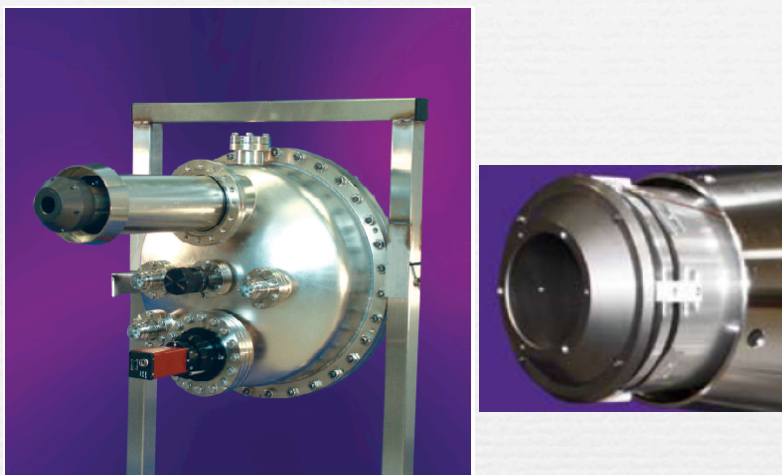
移動精度: 2 nm

Chamber Design

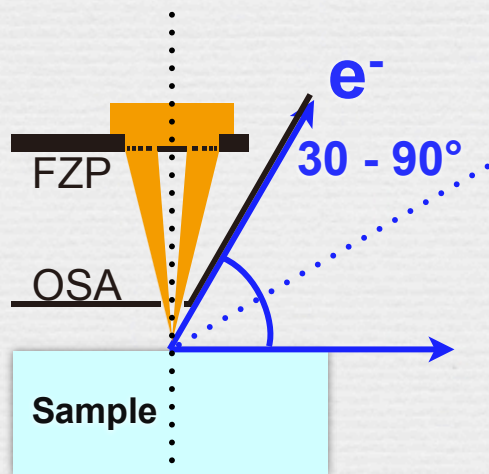
広角度一括取込
角度分解光電子アナライザ



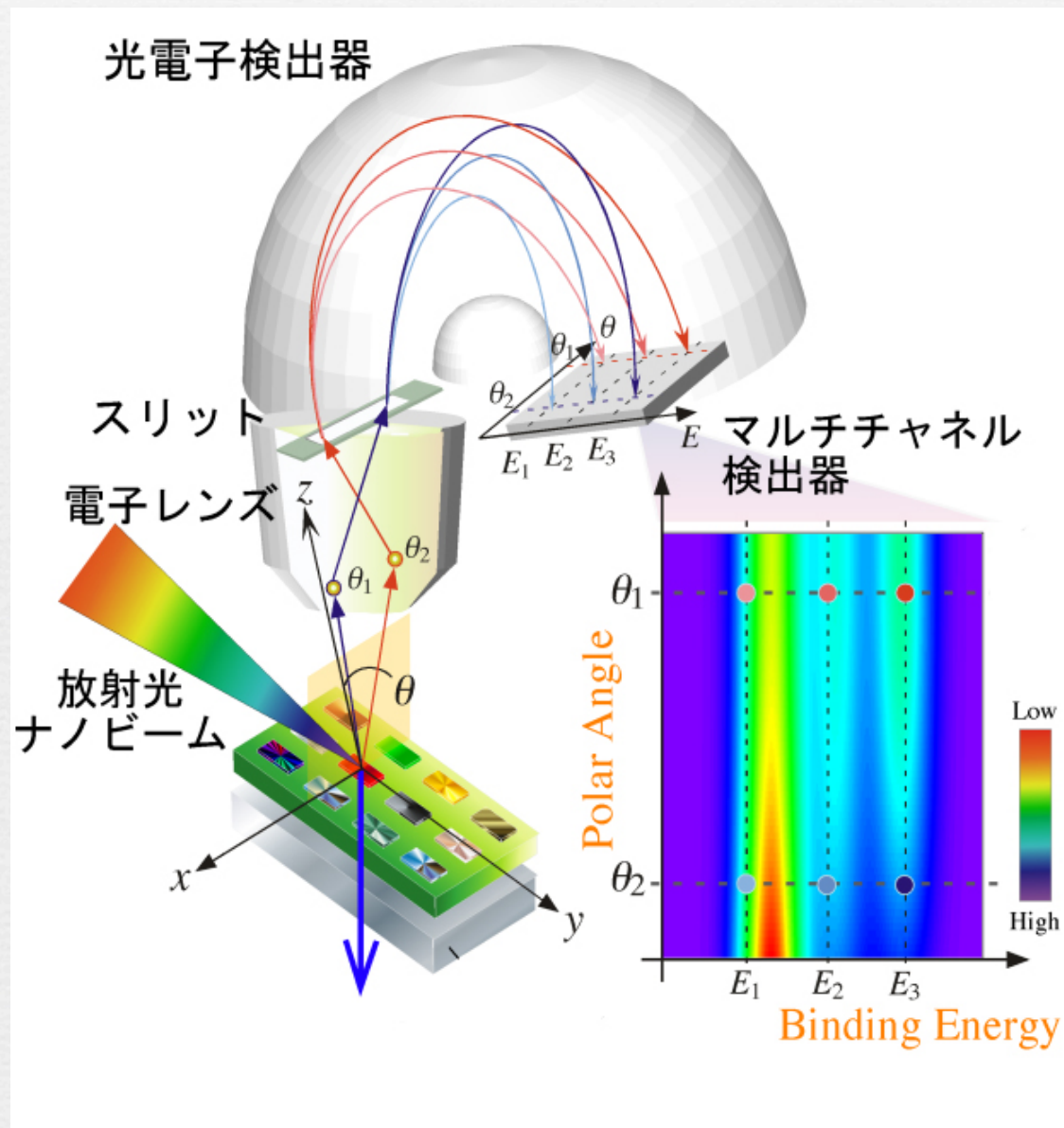
広角度一括取込光電子アナライザ



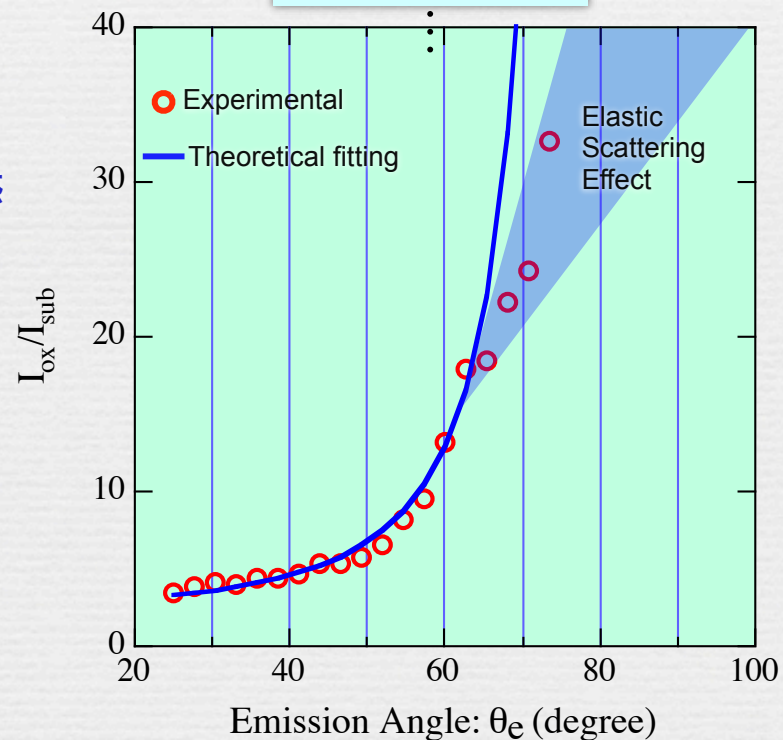
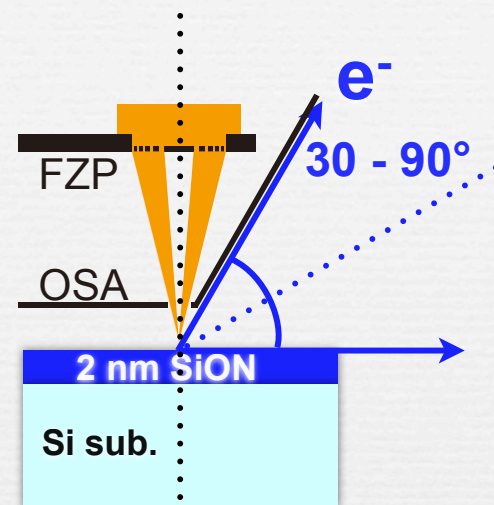
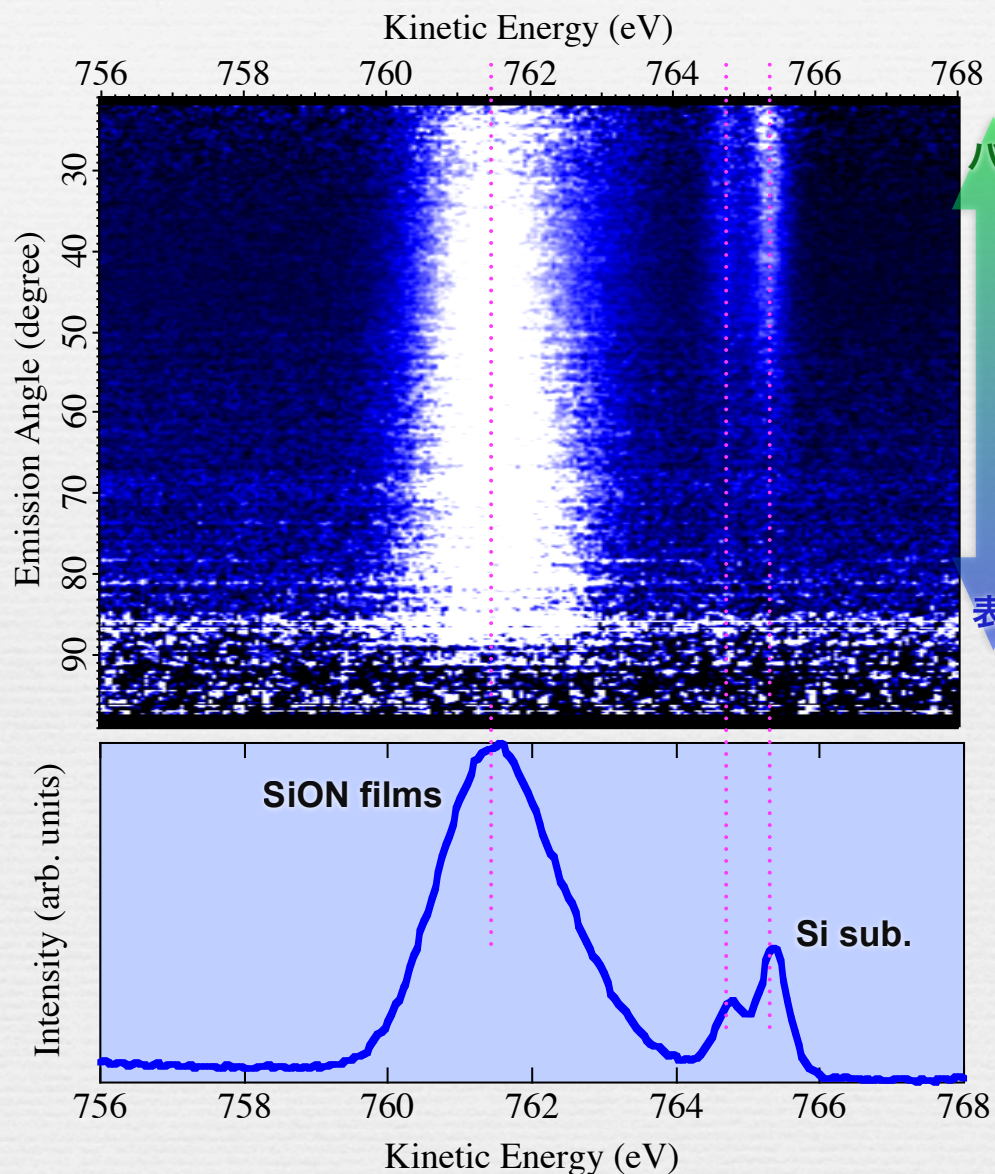
VG Scienta R3000
with Extreme Wide Angle Lens



Acceptance angle : $\pm 30^\circ$

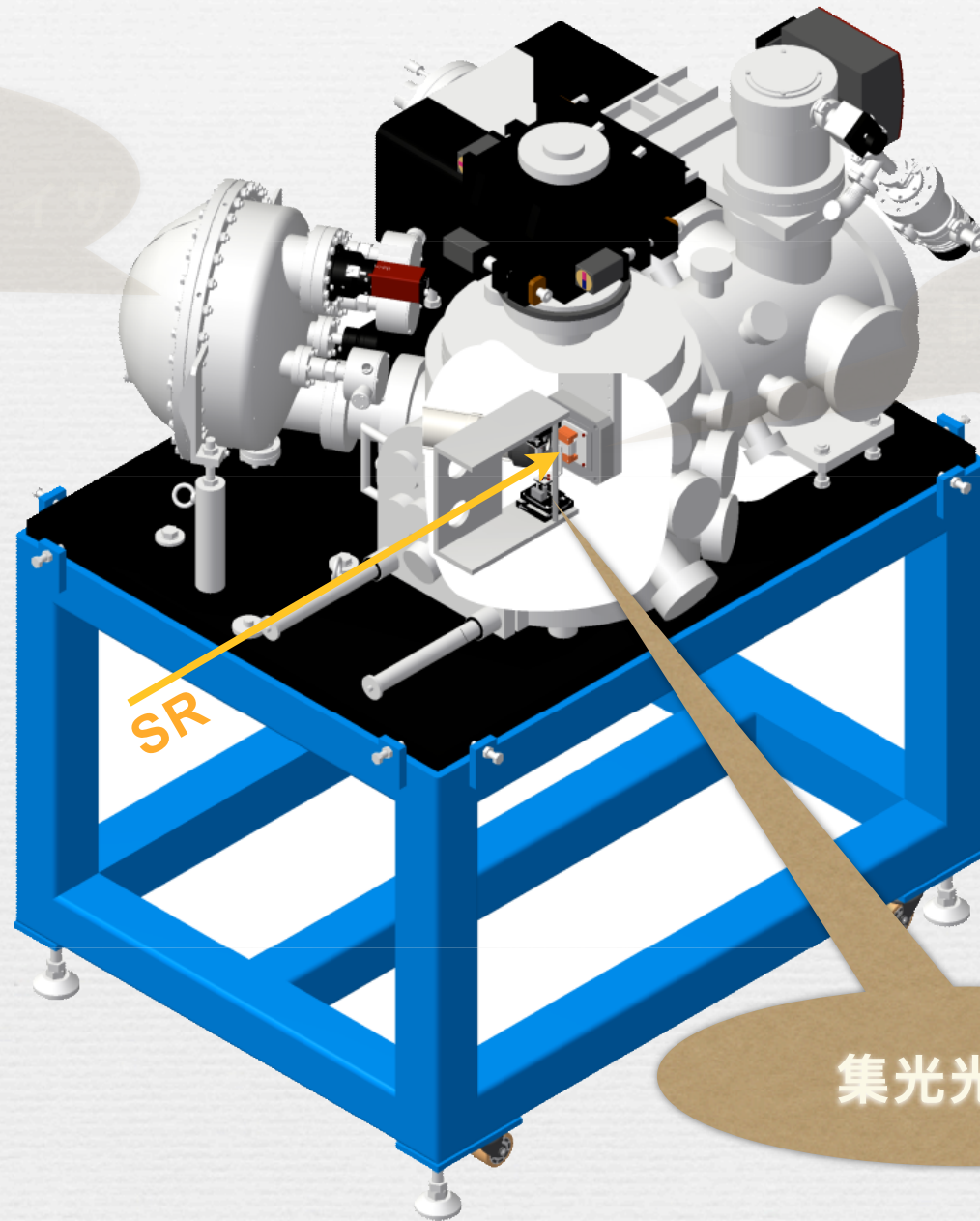


広角度一括取込光電子アナライザ



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

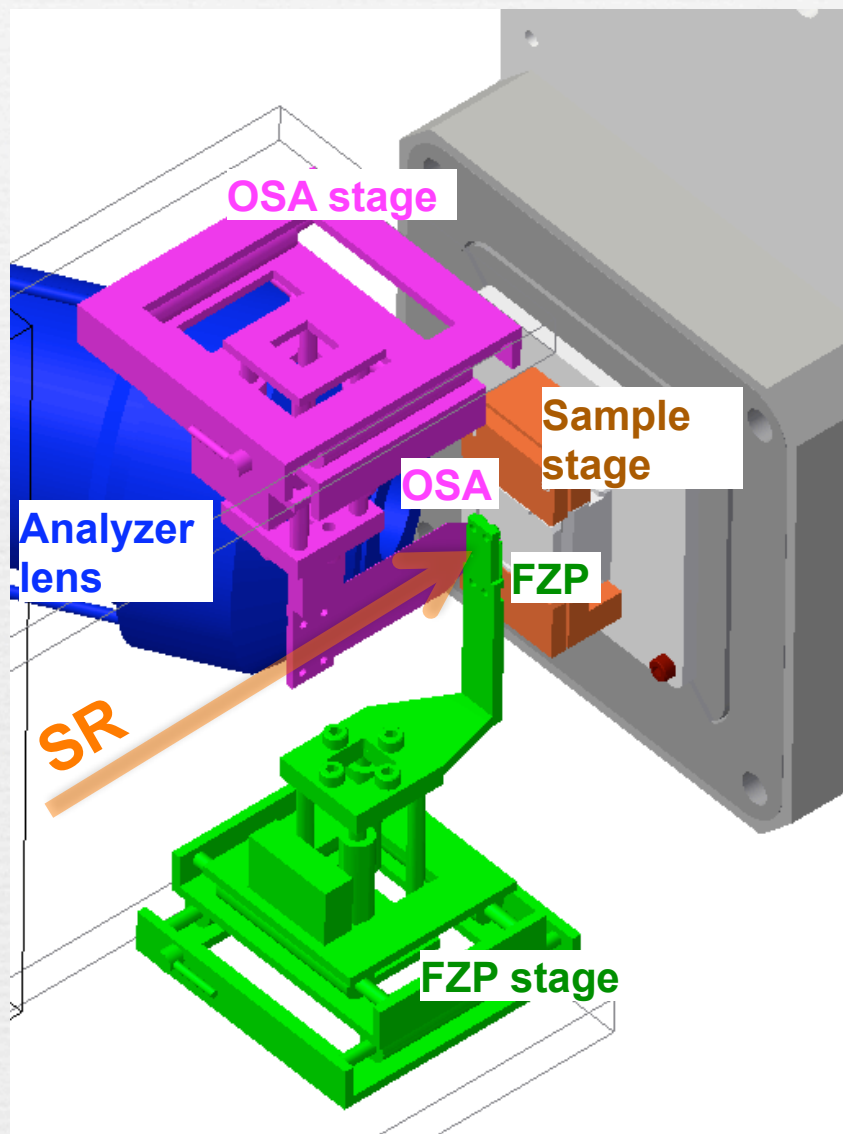
Chamber Design



SR

集光光学系

集光光学系：駆動ステージ



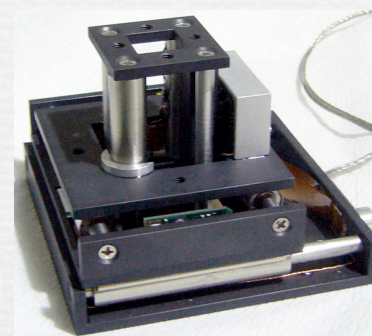
FZP and OSA駆動ステージ： kleindiek LT6820XEYEZE-UHV

駆動：ピエゾアクチュエータ

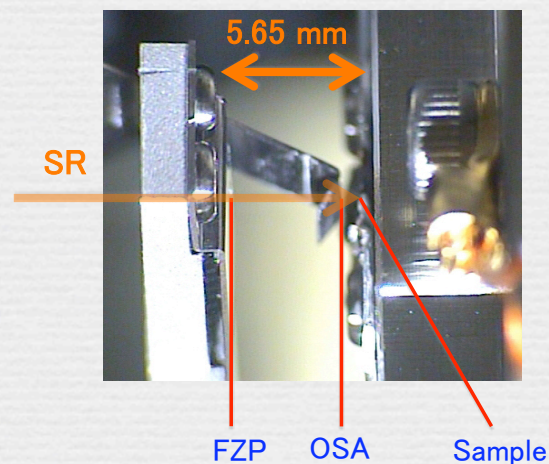
移動距離：20 mm (XY), 15 mm (Z)

最小ステップ：0.5 nm

移動精度：100 nm (linear encoder)

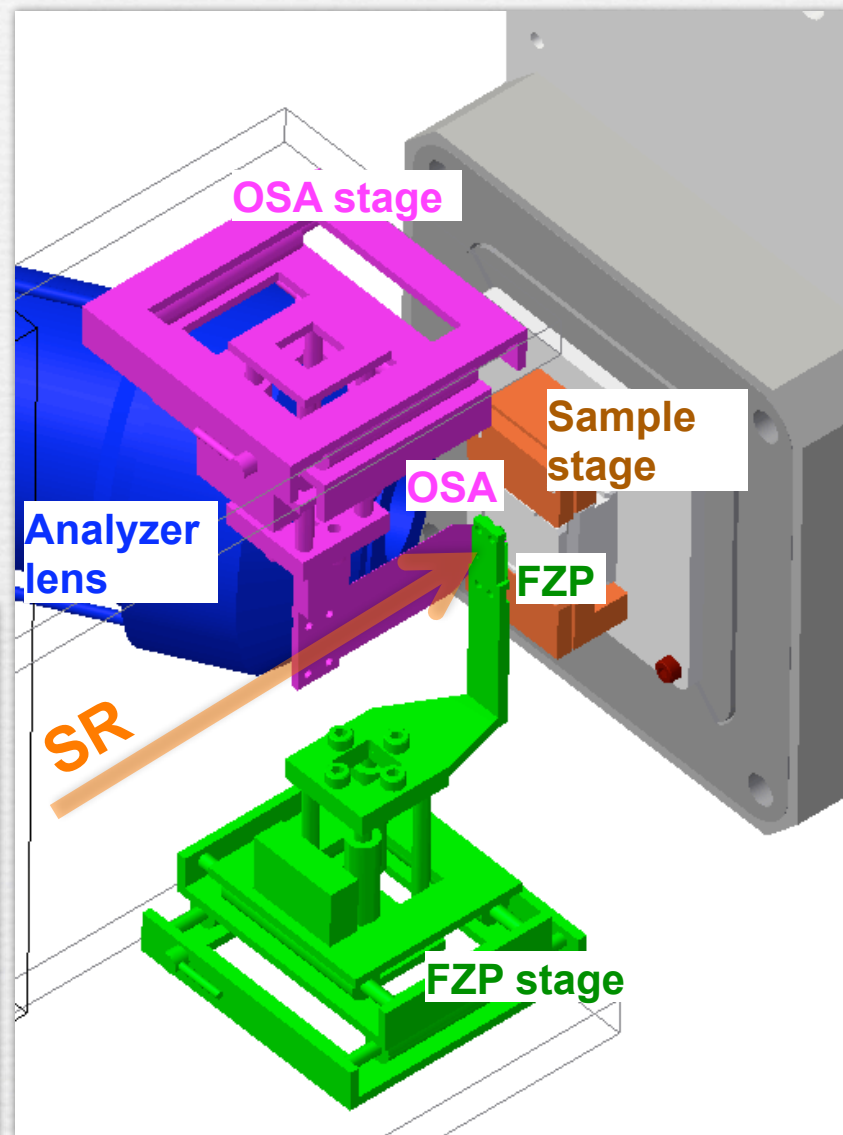
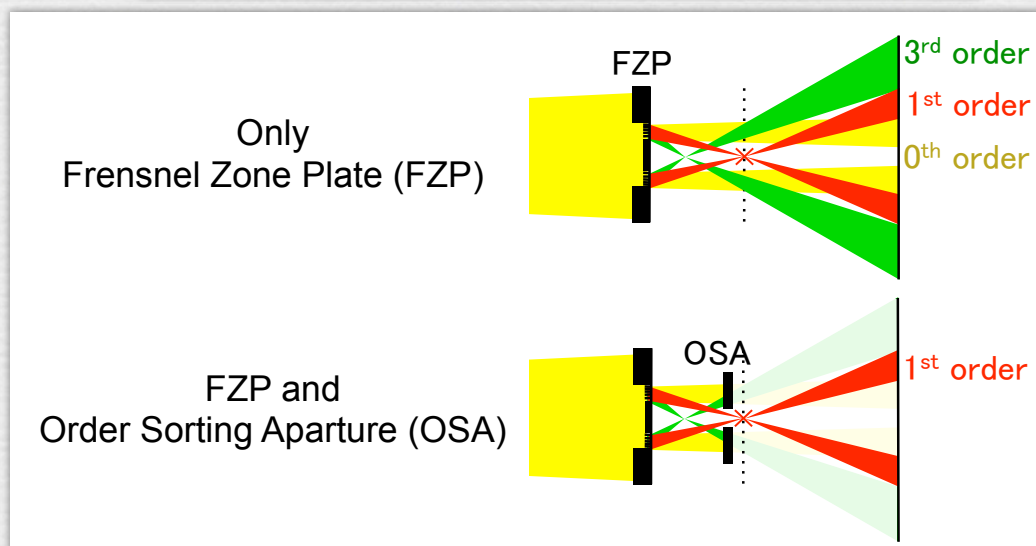
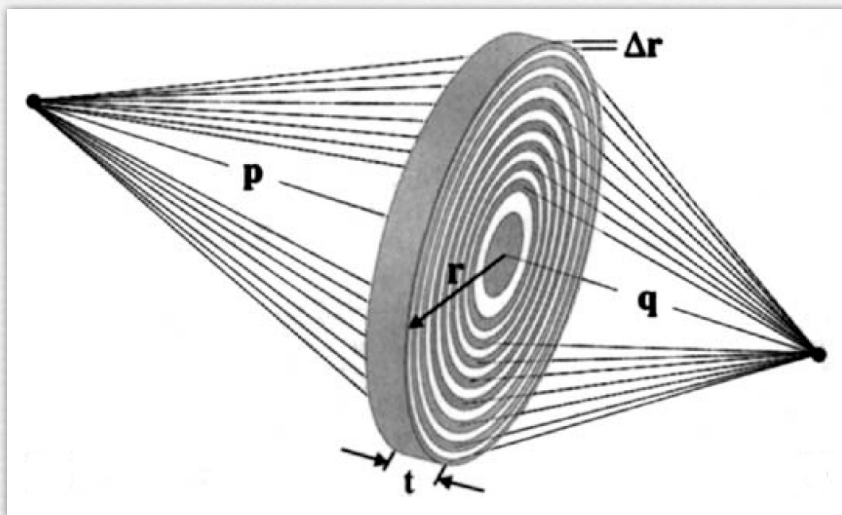


測定配置での光学系と試料



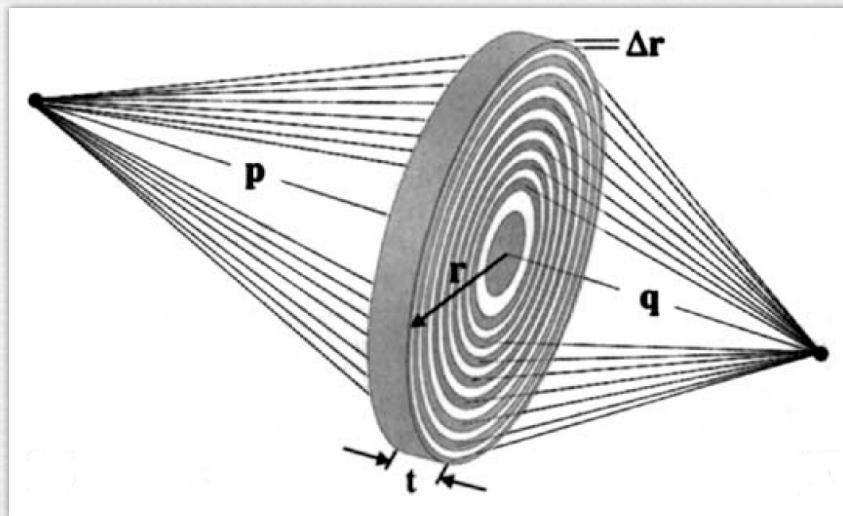
集光光学系

フレネルゾーンプレート



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).)

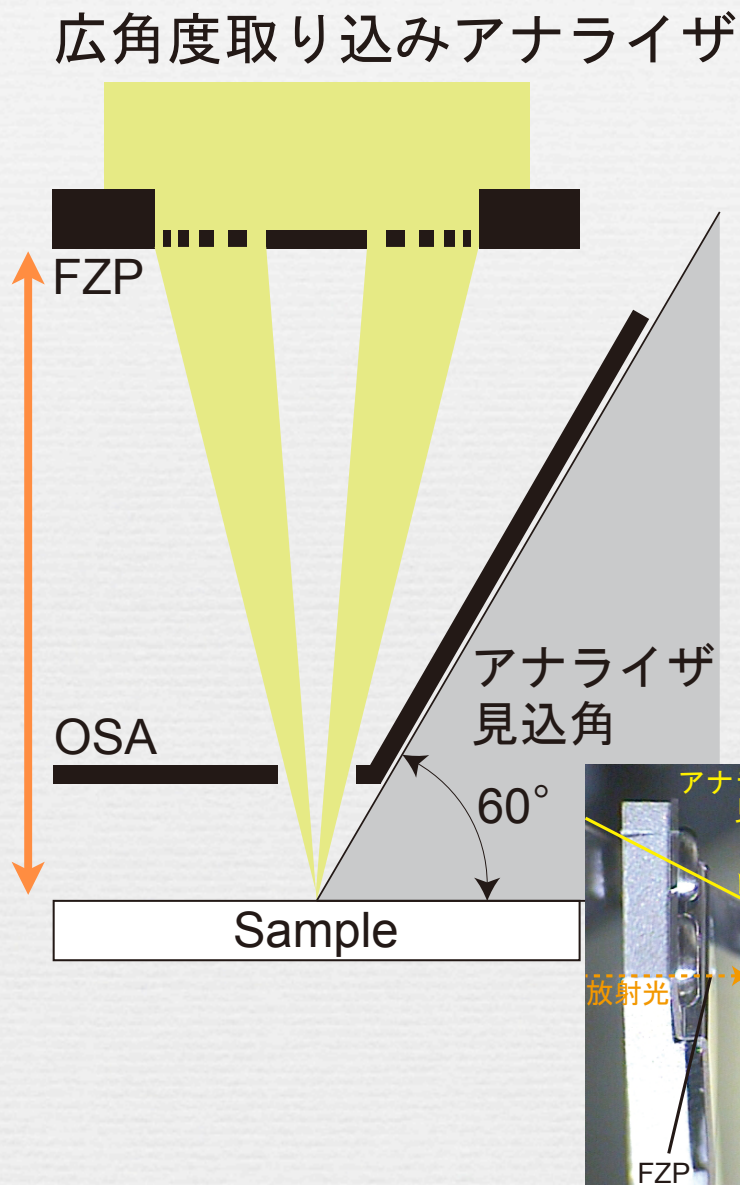
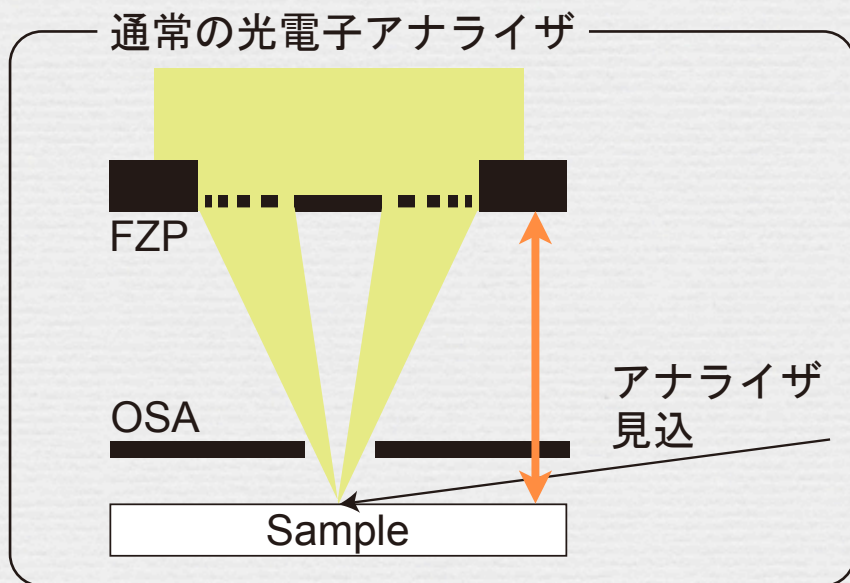
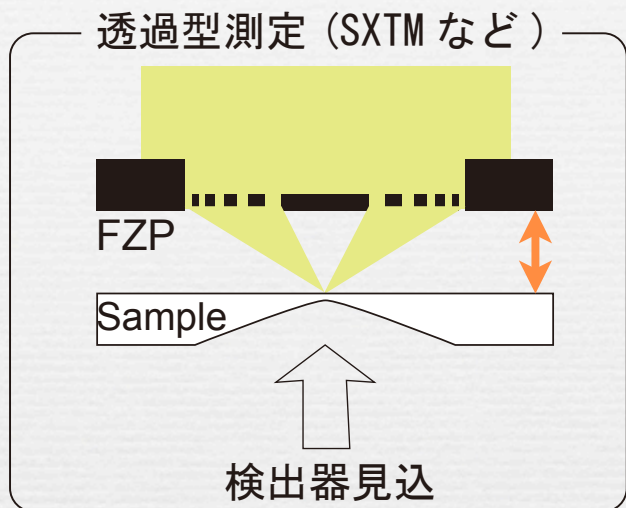
$$\delta_m = \sqrt{\left(\frac{1.22 \times \Delta r}{m}\right)^2 + \left(\sigma \frac{q}{p}\right)^2 + \left(2r \frac{\Delta E}{E}\right)^2}$$

回折限界
42.7 nm

縮小率
pに依存

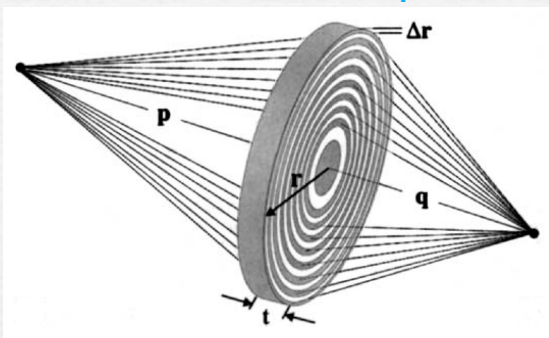
色収差
エネルギー分解能に依存

光学系の空間干渉



スポットサイズの理論限界

Theoretical equation of spot size



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

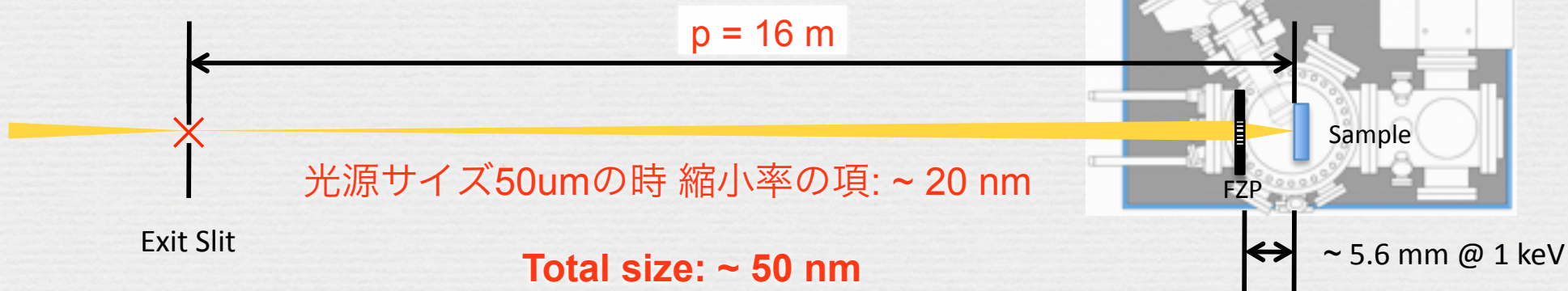
回折限界
42.7 nm

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

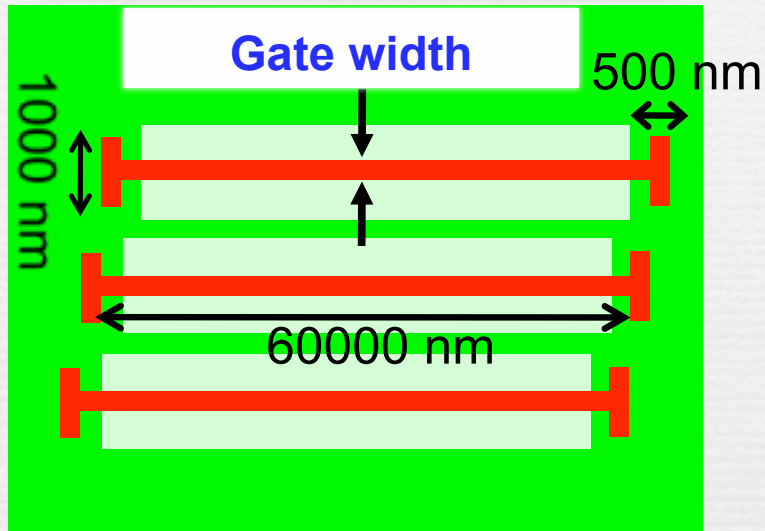
SPring-8 BL07LSU



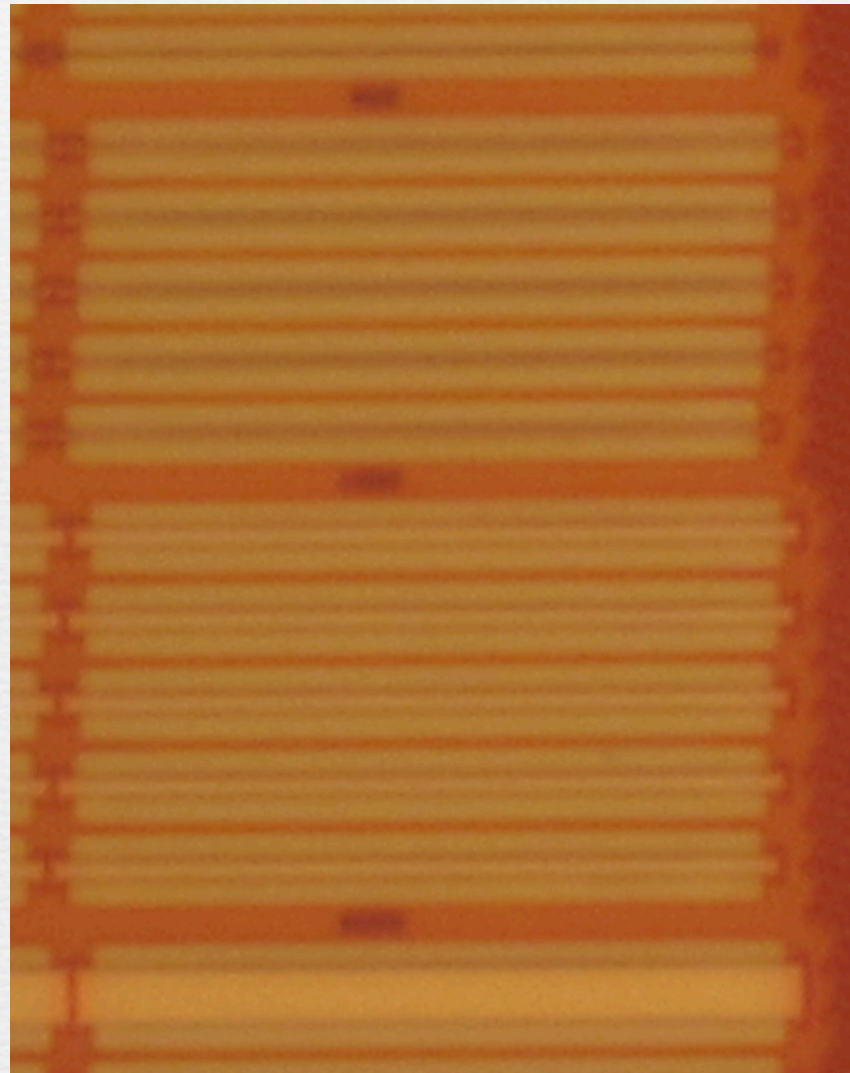
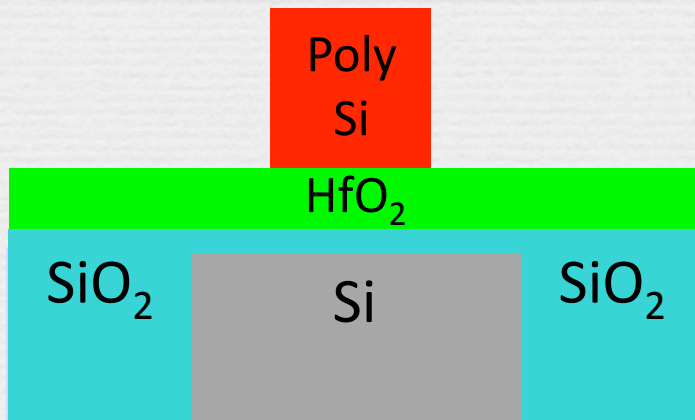
テスト試料：high-k MOSFETゲート構造

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

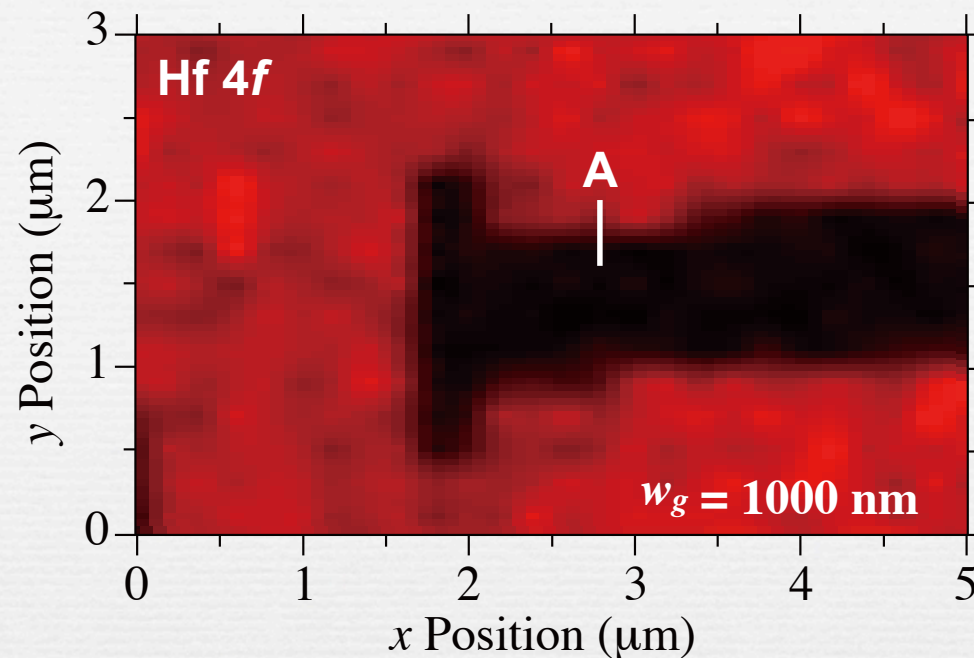
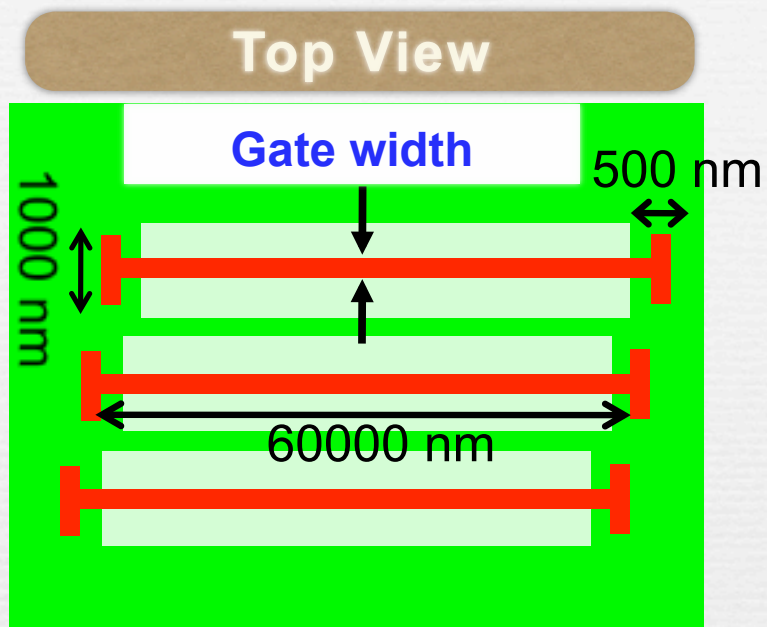
Top View



Cross-Sectional View



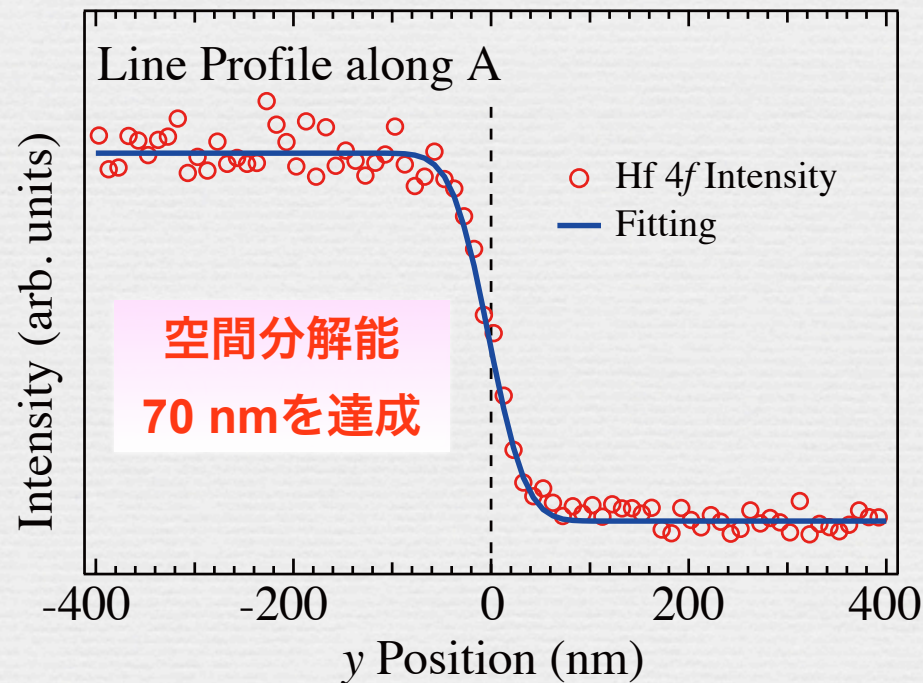
空間分解能評価



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

回折限界 42.7 nm 縮小率 $\sim 30 \text{ nm}$ 色収差 $\sim 40 \text{ nm}$

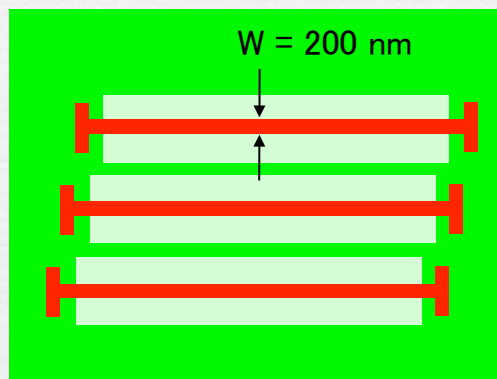
現測定条件下での理論値: $\sim 66 \text{ nm}$



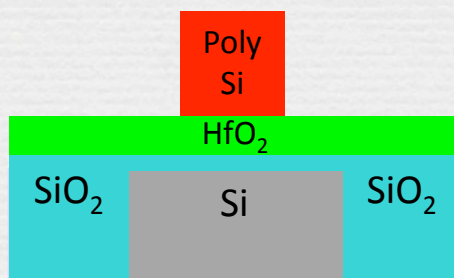
high-k MOSFET

元素選択マッピング

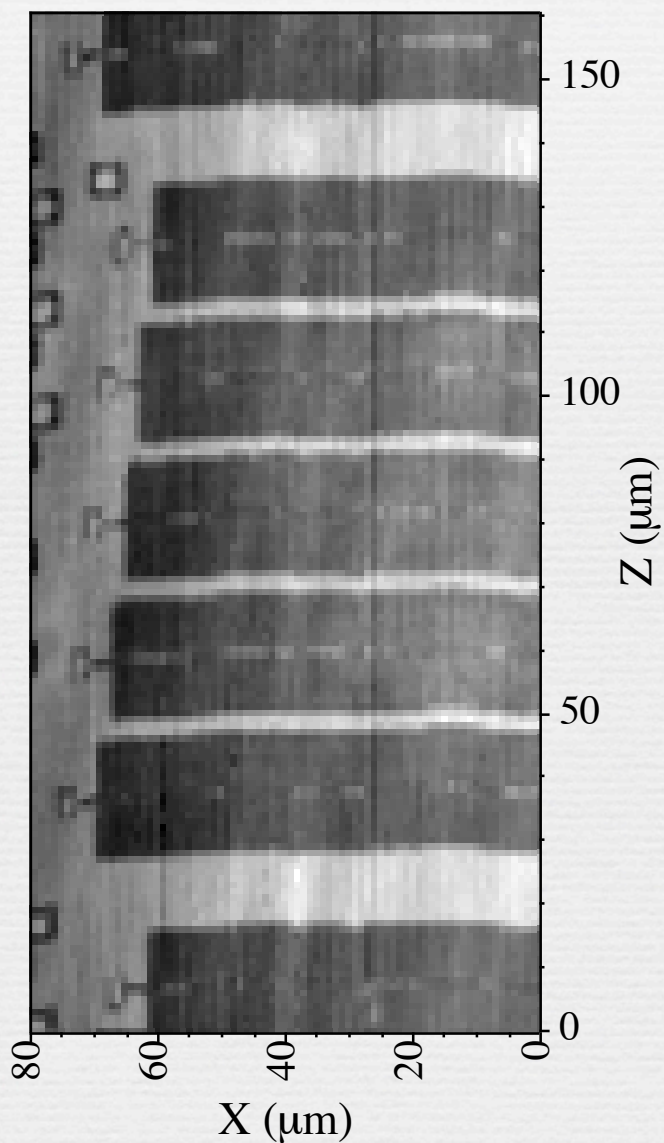
Top view



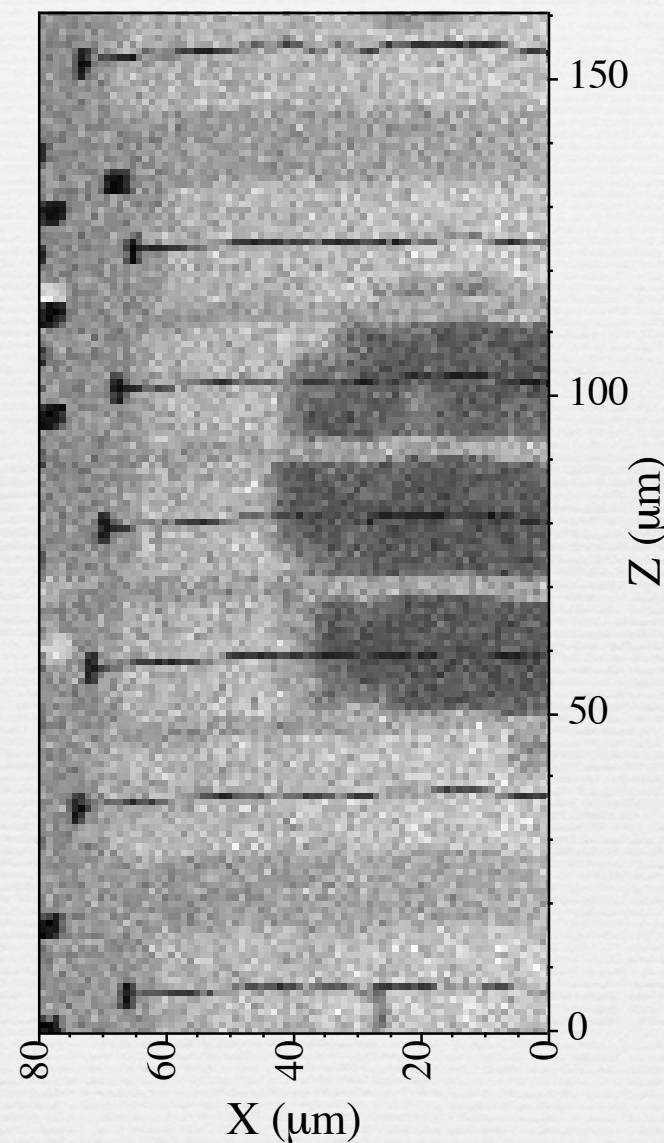
Cross-Sectional View



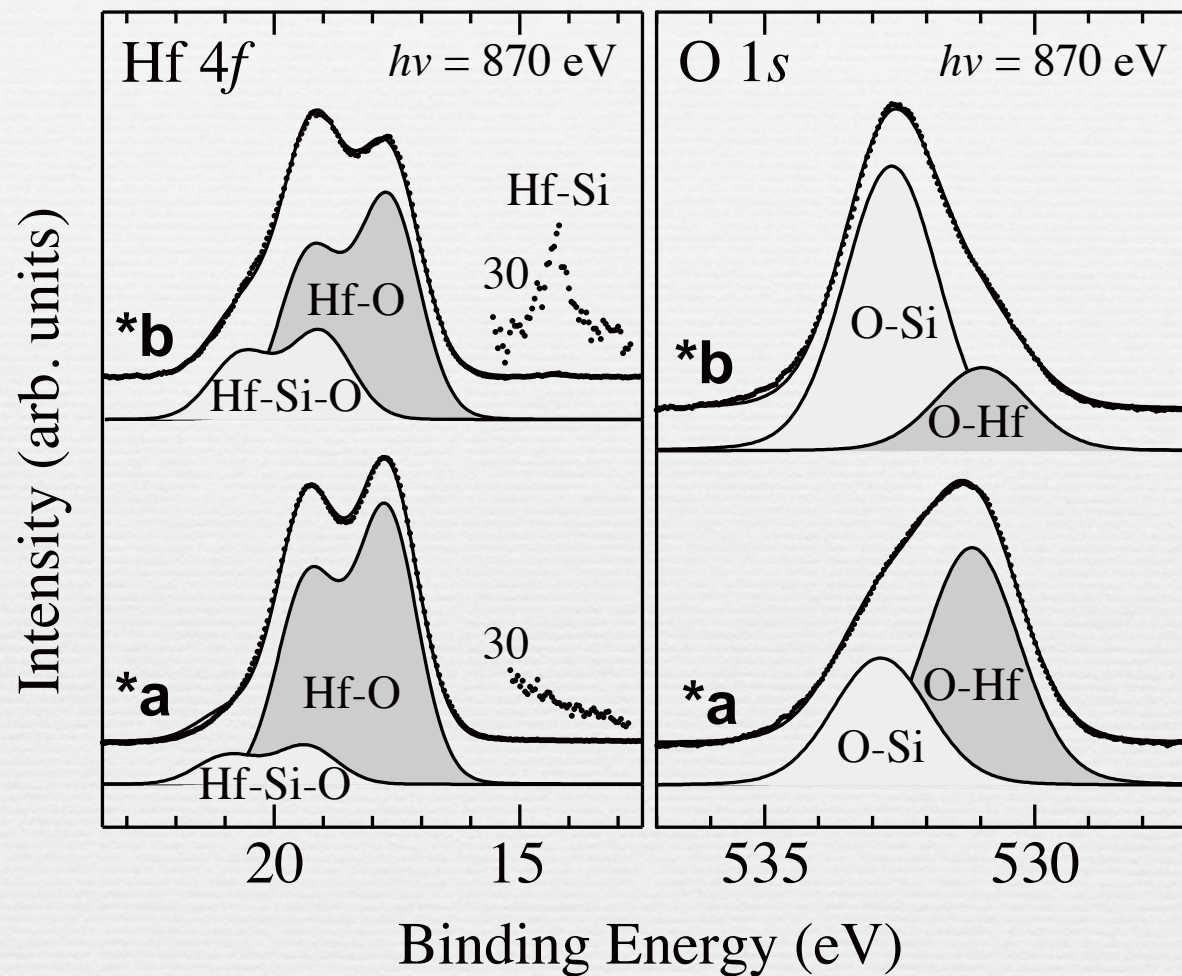
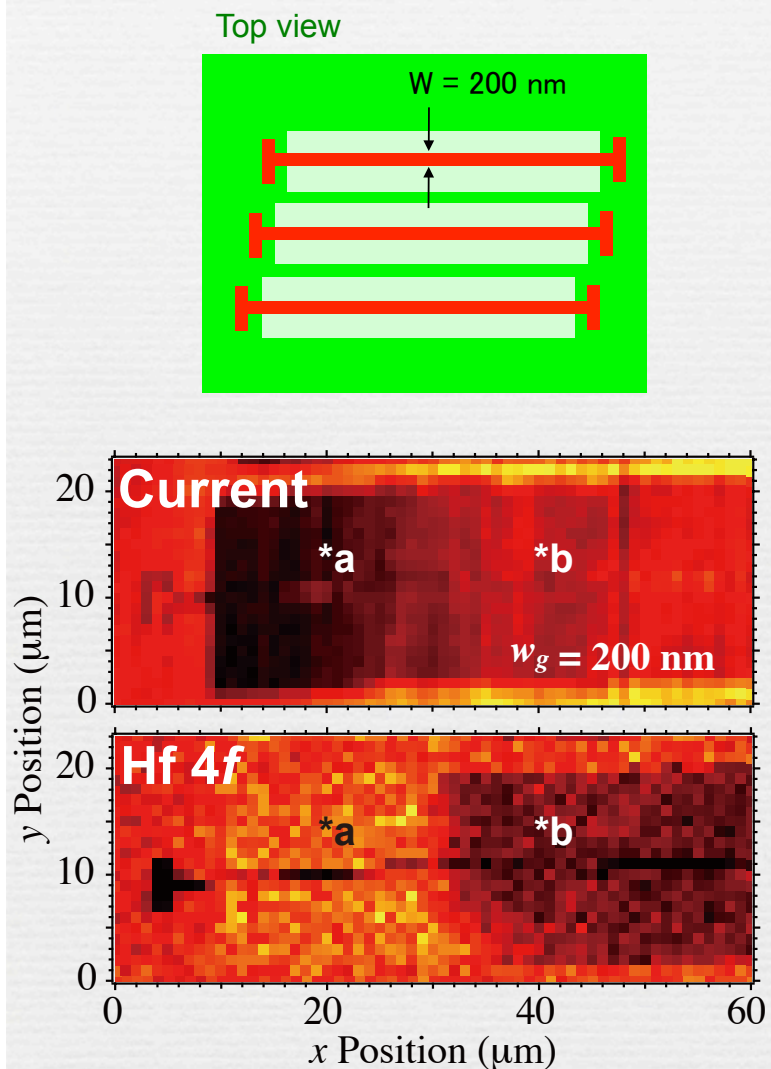
Current Map



PES Map (Hf 4f)



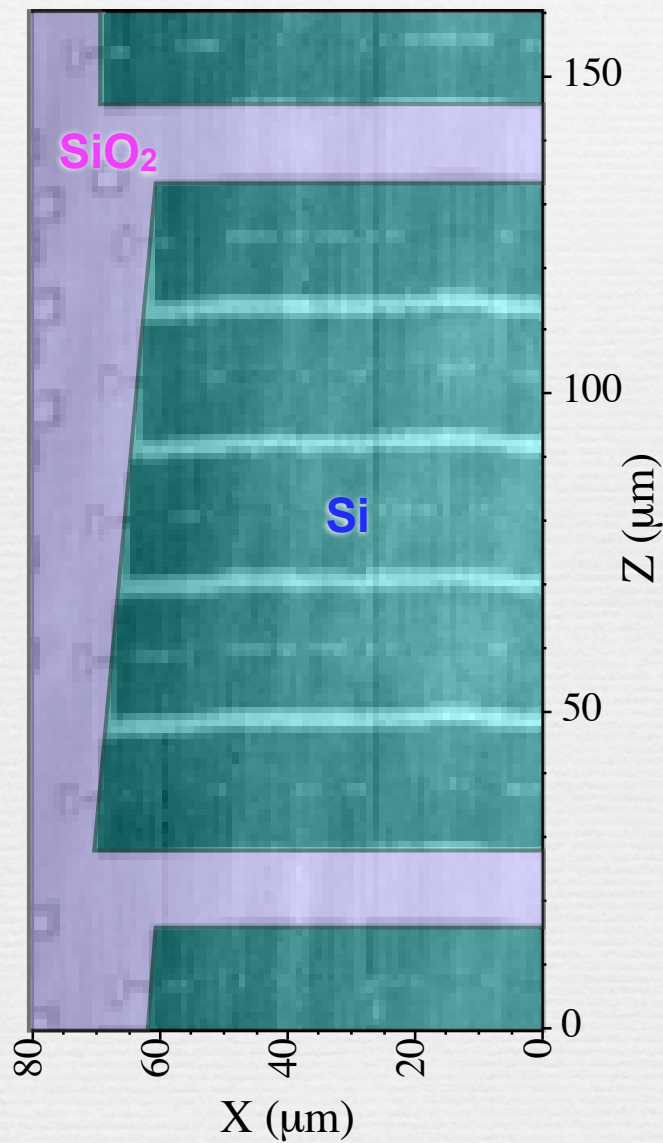
ピンポイント化学結合状態分析



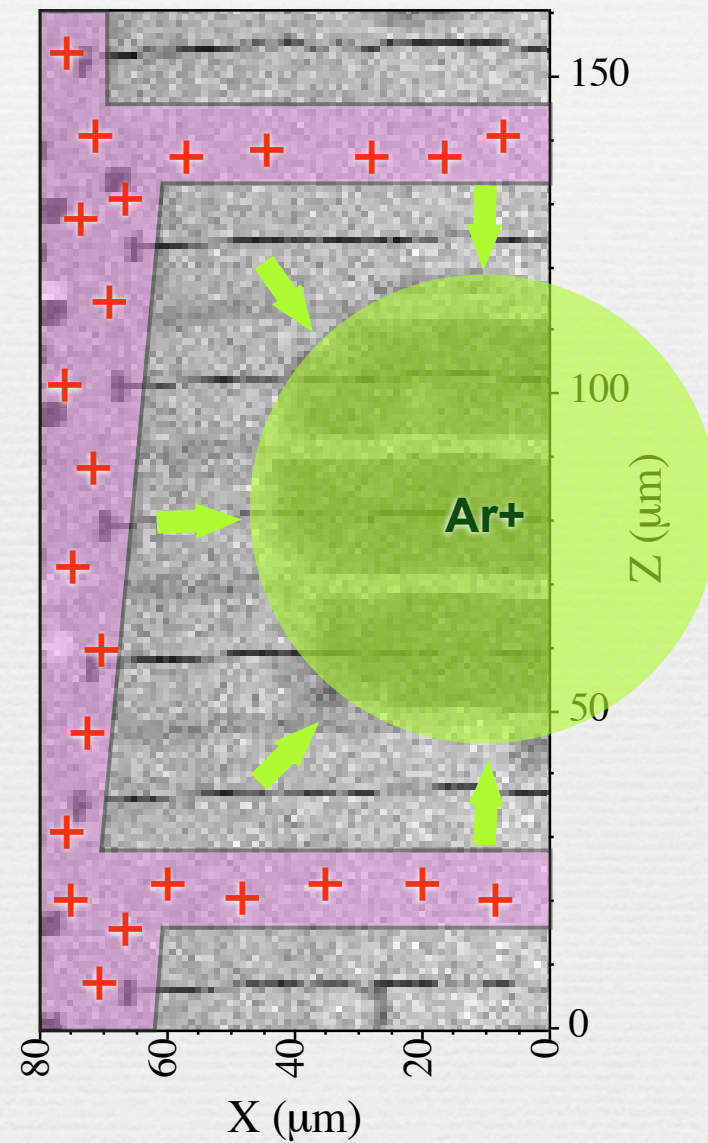
高エネルギー分解能・高感度での
ピンポイント化学結合状態解析

電極エッチング時の位置依存性

Current Map

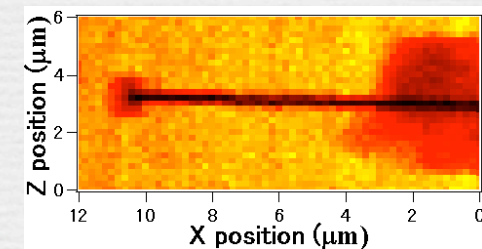
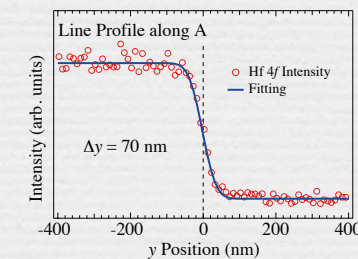
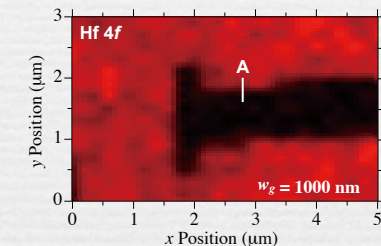
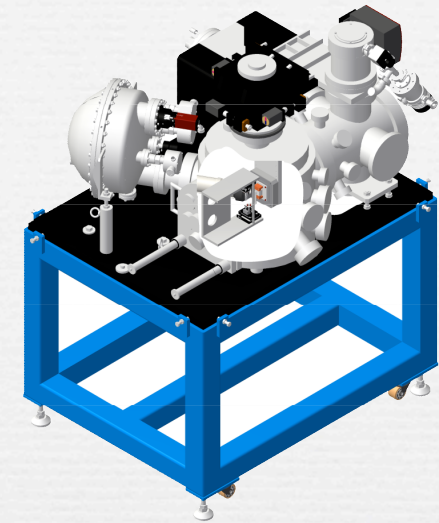


PES Map (Hf 4f)



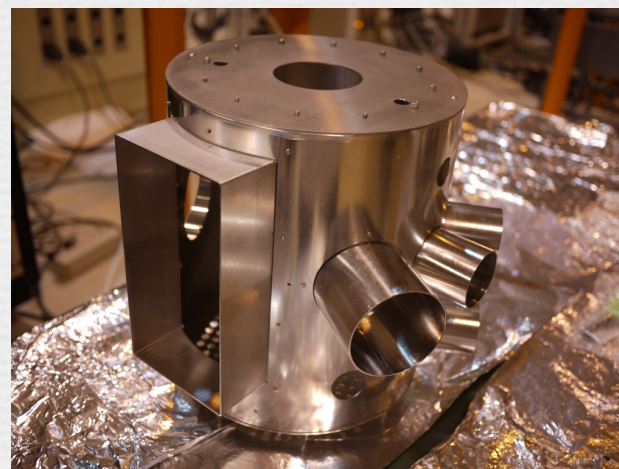
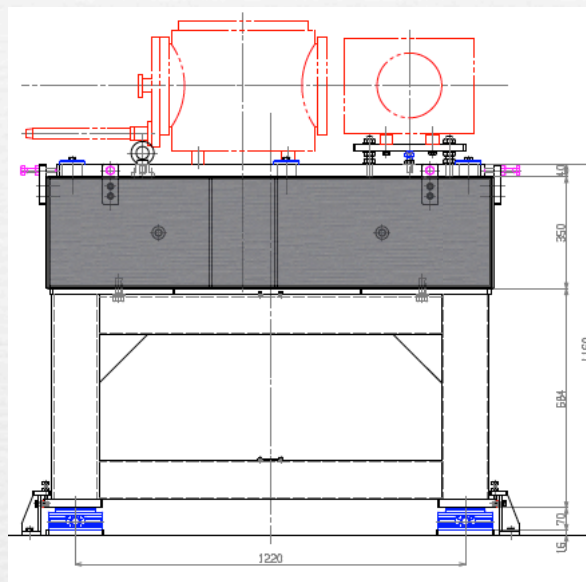
Summary

- ナノスケールでの三次元電子状態分布を得ることが可能な三次元ナノESCA装置を、東京大学物質科学アウトステーションビームラインBL07LSUのエンドステーションとして開発し、運用を開始している。
- BL07LSUにおいて、装置の空間分解能（X線スポットサイズ）として70 nmを達成した。
- 取込角60度でのピンポイント深さ方向分布解析、空間分解能100nm以下での元素選択二次元マッピング、ピンポイント化学結合状態解析が可能である。



今後の改良計画

- 高剛性の新架台を導入
(空間分解能・安定性の向上)
- チャンバー内に磁気シールドの導入
(角度依存性測定の高精度化)
- 新ゾンプレートの導入
- 試料準備槽の整備



新ゾーンプレート

1. 極限空間分解能

r: 半径 = 100 μm → 193 μm
 Δr : 最外ゾーン幅 = 35 nm → 18 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

回折限界 : 22 nm

2. 低エネルギー用・高効率汎用

r: 半径 = 100 μm → 300 μm
 Δr : 最外ゾーン幅 = 35 nm → 50 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)
= 2.83 mm @500 eV → 12 mm
E: 光エネルギー
 ΔE : 光エネルギー分解能

$$f = \frac{2r\Delta r}{m\lambda}$$

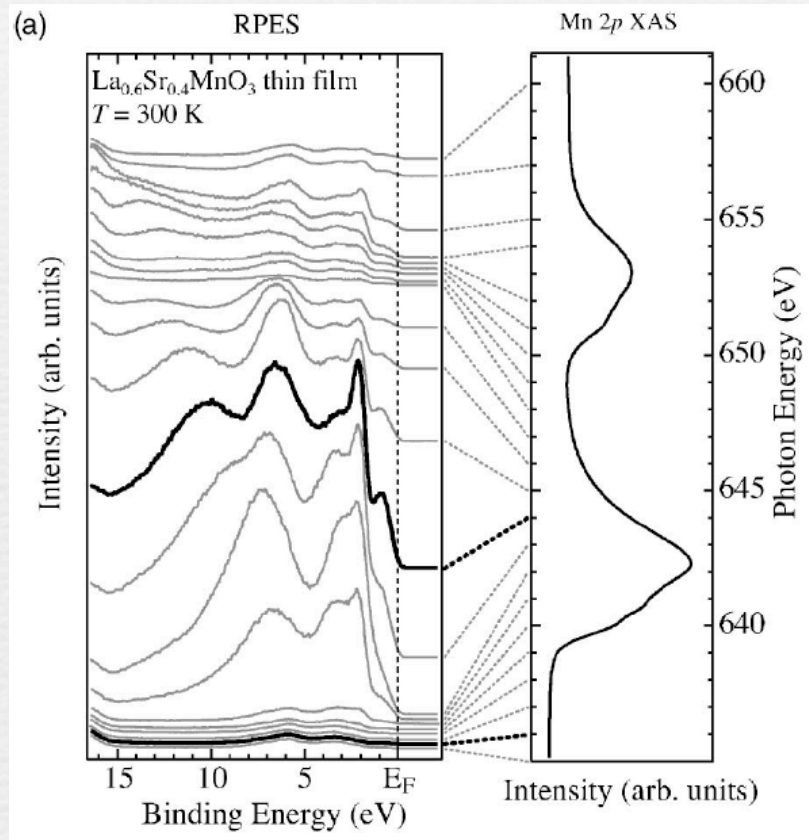
設計空間分解能 : ~ 100 nm

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

回折限界 縮小率 色収差
~ $\sigma/30,000$

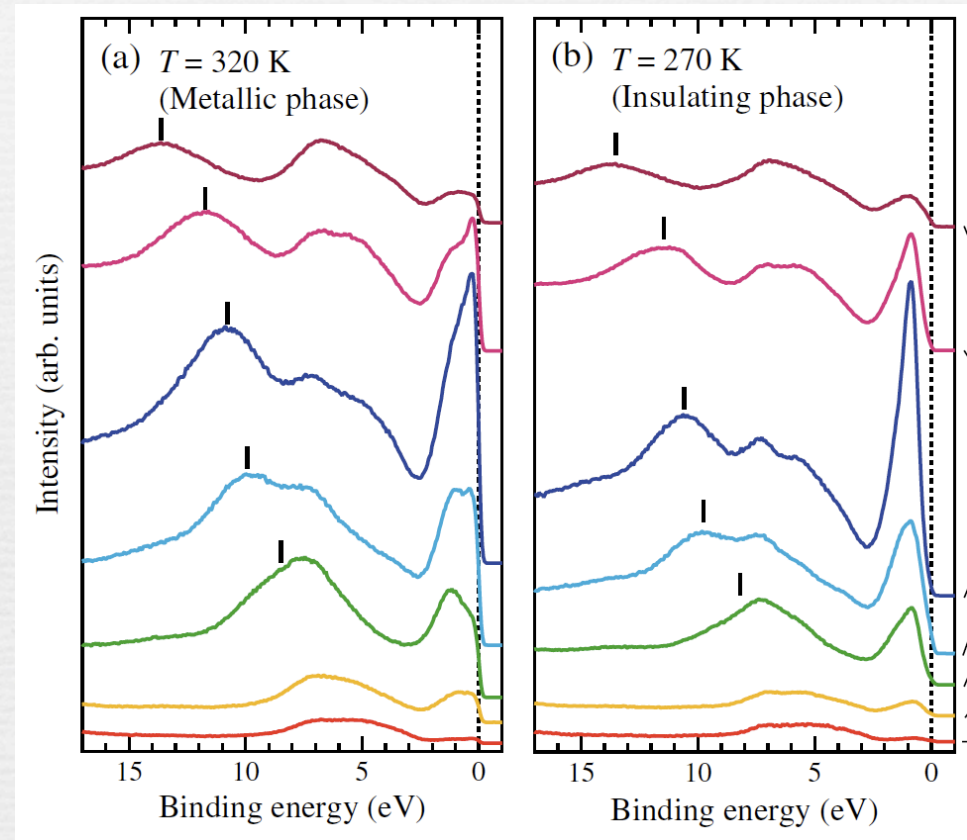
SX Resonant PES of Oxides

La_{0.6}Sr_{0.4}MnO₃ Thin Films



K. Horiba *et al.*, Phys. Rev. B **71**, 155420 (2005).

VO₂ Thin Films



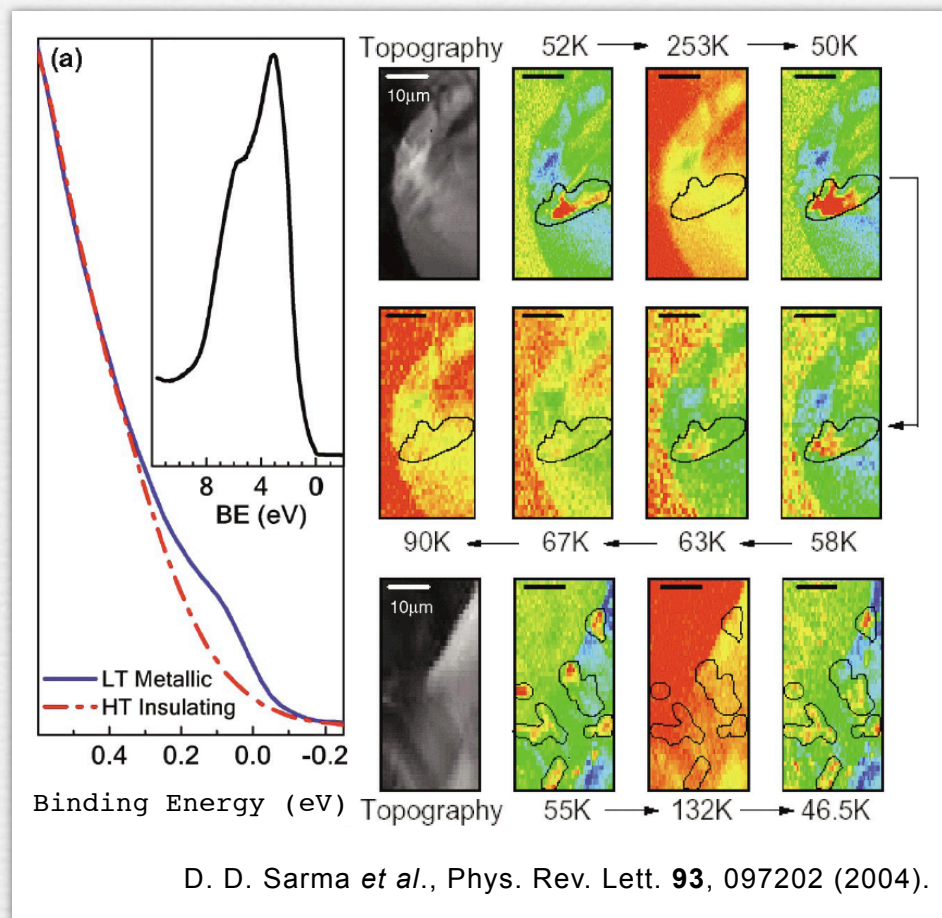
R. Eguchi *et al.*, Phys. Rev. B **78**, 075115 (2008).

共鳴条件で価電子帯・フェルミ準位の直接マッピング

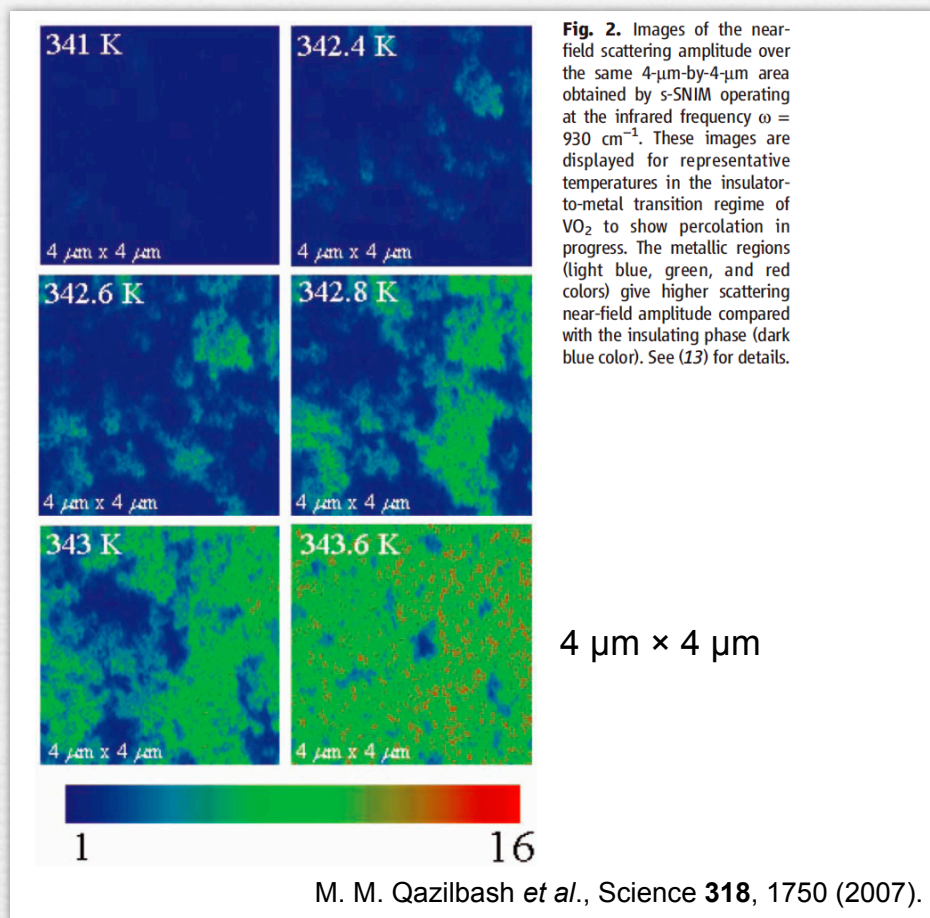
Electronic Phase Separation

$\text{La}_{0.25}\text{Pr}_{0.375}\text{Ca}_{0.375}\text{MnO}_3$

VO_2 Thin Films



SR-PES with Schwarzcild Optics



Near-Field IR