

Title	低速イオンビームを利用するPIXE表面分析法に関する研究
Author(s)	加田, 渉
Citation	大阪大学, 2010, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/2017
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	か だ わたる 加 田 渉
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学位記番号	第 23836号
学位授与年月日	平成22年3月23日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科電気電子情報工学専攻
学位論文名	低速イオンビームを利用するPIXE表面分析法に関する研究
論文審査委員	(主査) 教 授 飯田 敏行 (副査) 教 授 上田 良夫 教 授 田中 和夫 教 授 兒玉 了祐 准教授 村田 勲

論 文 内 容 の 要 旨

本研究では、材料表面の組成分析を行うための低エネルギープロトンPIXE分析システムの開発を行った。既設の半導体研究用イオン加速器に、新しく低エネルギープロトンビームラインを開発整備し、低エネルギープロトンの高精度照射用のビームモニタと電子冷却型のX線検出器を用いた特性X線計測システムを構築した。本論文は、上記の研究内容をまとめたものであり、以下の各章から構成されている。

第2章では、低エネルギーイオンビームをプローブとした表面組成分析法と、他のビームを用いる分析手法との比較について述べている。表面分析の有効深さに関して、電子線やX線を利用する表面組成分析技術と、プロトンビームによる表面組成分析技術を比較した。100 keV程度以下の低エネルギープロトンビームを用いることで、電子線やX線を利用する分析手法では得られない数100 nm程度の有効分析深さが得られること、特性X線の発生率は低下するものの、特性X線測定の実験結果で確かめられた。

第3章の前半では、低エネルギープロトンビーム照射装置の開発内容について述べている。既設の半導体イオン注入用加速器を本研究用に改造した。水素イオンを安定に引き出せるように、フリーマン型イオン源をアルゴンと水素の混合ガスを導入できるように改造した。さらに、イオン源の制御系及び偏向マグネット・集束レンズ等の各ビーム輸送コンポーネントの制御系をコンピュータで集中制御し、エネルギーを変更させても、低エネルギープロトンビームを安定に照射できるようにした。また、イオン源内にスパッタリング（アルゴンイオンによる）電極を新たに設けることで、試料の表面処理や表面分析用基準試料の作成に必要な各種の金属イオンビームの生成を可能にした。蛍光材料とフォトレジストによる微細加工技術を用いたメッシュ状電極による精密ビームモニタを独自に開発し、イオンビームの高精度照射を効果的に行えるようにした。

第3章の後半では、本研究用に開発した特性X線計測システムについて述べている。この計測システムは、最近急速に普及してきた電子冷却型Si半導体X線検出器に3次元精密可動ステージを組み合わせて製作した。また、深さ方向の分解能を向上させるために、ターゲットチェンバーにはゴニオメータを取り付け、プロトンビームの試料表面への入射角を可変できるようにした。

第4章の前半では、開発した低エネルギープロトンを利用したPIXE表面分析システムの性能評価について述べている。元素の種類と厚さの異なる複数の標準薄膜試料を準備し、プロトンビームのエネルギーと特性X線の発生量の関係を測定評価した。本低エネルギープロトン利用PIXE表面分析システムについて、絶対感度や特性X線のエネルギー測定領域を実験で明らかにした。また、試料へのプロトンビームの入射が垂直の場合、有効分析深さ

はおおよそ数 100 nm 程度であることを実験とシミュレーション計算の結果より明らかにした。さらに、プローブのプロトンビームのエネルギーを変化させてPIXE分析することにより、荷電粒子及び光子の輸送計算を併用することで、多層薄膜試料の構成や膜厚の推定ができることを示した。また、プロトンビームの試料表面への入射角を小さくする、あるいはX線検出器と試料表面の角度を小さくすることで、有効分析深さをさらに小さくできることを明らかにした。

第 4 章の後半では、本低エネルギープロトン利用PIXE表面分析システムを利用して行った新しいガラス線量計素子の開発研究および新しい環境浄化微粒子の開発研究への応用例について述べている。何れの開発研究においても、本低エネルギープロトン利用PIXE表面分析システムが大きな貢献をしていることがわかる。

第 5 章では、以上より得られた知見を総括し、結論を述べている。

論文審査の結果の要旨

本論文は、材料の極表面の組成分析のために開発した低エネルギープロトン利用 PIXE 分析システムの開発とその応用についての研究成果をまとめたものであり、得られた成果を要約すると以下の通りである。

- (1) 100 keV 程度以下のプロトンビームを利用することによって、有効分析深さを数 100 nm に制限して材料の PIXE 表面分析ができることを明らかにしている。通常の PIXE 分析法と比べて分析感度は低下するものの、深さ方向の分解能は数 10 倍以上優れている。
- (2) イオン源やビーム輸送機器をコンピュータで安定制御する低エネルギープロトン照射装置を独自に開発し、特性 X 線の検出には電子冷却型の Si-PIN 検出器を用いることによって、標準的な幾何学配置でも $10^{-5} \sim 10^{-7}$ (X 線計数/標的原子/クーロン) の特性 X 線検出効率を得られ、分析試料の設置方法や分析所要時間にも実用的に問題がないことを実証している。
- (3) 表面分析の深さ方向の精度をさらに向上させるために、以下の 2 つの手法を考案している。1) プロトンビームのエネルギーを変化させた時の特性 X 線強度の変化データを基に、深さ方向の組成分析精度を向上させるソフトウェア (アルゴリズム) を独自に構築している。この手法によって、数 100 nm 程度の多層薄膜の場合では、薄膜の組成元素の同定のみならず、その厚さを 20% 程度の精度で推定できることを示している。2) プロトンビームあるいは X 線検出器の入射窓と試料表面の成す角度を高精度で調整できるように試料台を工夫している。この手法によって、特性 X 線の発生領域あるいは特性 X 線の検出可能領域を試料の極表面層のみに限定できることを明らかにしている。
- (4) 開発した低エネルギープロトン利用 PIXE 分析システムを利用して、蛍光ガラス線量計素子や環境浄化微粒子の表面分析を実施し、それら試料の特性と表面組成の関係についての多くのデータを取得することに成功している。開発した低エネルギープロトン利用 PIXE 分析システムが試料の極表面の組成分析に非常に有用であることを明らかにしている。

以上のように、本論文は低エネルギープロトンビームを利用して材料の極表面の組成分析を行う新しい PIXE 分析手法を構築したものであり、従来の PIXE 分析法では得られなかった非常に浅い表面層の組成分析技術についての多くの知見が得られている。これらの知見は当該分野の発展に寄与するところが大きく、よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。