



文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 令和2年度技術スタッフ表彰 優秀技術賞 AN-2500 バンデグラーフ加速器と共に 37 年 ~装置の保守・改良・分析手法拡大でイオンビーム分析を支援~

受賞者 広島大学 微細加エプラットフォーム 西山 文隆氏に聞く

文部科学省の委託事業:「ナノテクノロジープラット フォーム事業」(NPJ)は、ナノテクノロジーに関する最 先端の研究設備とその活用のノウハウを有する機関が緊 密に連携して, 全国的な設備の共用体制を共同で構築す る. ナノテクノロジー関連科学技術において基本となる 3つの技術領域:「微細構造解析」,「微細加工」,「分子・ 物質合成」に応じて、25の法人・大学、延べ37の機関 が参画し、各領域のプラットフォームを構成する. NPJ 前身のナノネット事業, それに続く 2012 年から9 年を 経た NPJ で, 共用が根付き, 年間 3,000 件の利用, 1,000 件の論文, 3.000 件の発表という成果が生まれるように なった.多くの成果が生まれたのは、各機関に支援スタッ フが置かれ、装置利用のノウハウを提供したことによる. このため、NPJ は平成 24 年度から、それまでの利用成 果表彰に加えて、技術スタッフ表彰を行うようになっ た[1]. 令和2年度は,優秀技術賞1件,技術貢献賞3 件,若手技術奨励賞1件が選ばれ[2],表彰式は2020



加速器操作卓前の西山 文隆氏

年12月9日に東京ビッグサイトとオンラインで開催された第20回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議(nano tech 2021)に於いて行われた[3]. 優秀技術賞は,「AN-2500バンデグラーフ加速器と共に37年」と題し,広島 大学 微細加工プラットフォーム 西山 文隆氏に贈られた[4]. 2019年度までは支援の現場に受賞者を訪ね,どのよ うな支援が行われ,どのようなご苦労があったかなどを伺ってきたが,年初からの新型コロナウイルス感染拡大が 収まらず,Web 会議で受賞者の広島大学 ナノデバイス・バイオ融合科学研究所技術職員 西山 文隆(にしやま ふ みたか)氏にお話を伺うこととなった.Web 会議には広島大学 微細加工プラットフォーム 運営責任者の同研究 所 黒木 伸一郎(くろき しんいちろう)教授が同席された.



1.1 広島大学 微細加エプラットフォームの成り 立ち

広島大学微細加工プラットフォーム (PF) は,シリ コンナノ加工及びデバイス技術に関する支援を行う.ク ラス10のクリーンルームと電子線描画によるナノデバ イス試作ラインを用いた高度な微細シリコンデバイス試 作を支援する [5].広島大学組織としては,学内共同教 育研究施設の一つ:ナノデバイス・バイオ融合科学研究 所(Research Institute for Nanodevice & Bio Systems: RNBS)の一部門と位置付けられている(図1).

ナノデバイス・バイオ融合科学研究所は、1986(昭和 61)年に学内共同利用教育研究施設として集積化システ ム研究センターが設置されたのに始まる.当時のミッショ ンは「基礎研究を通して半導体技術開発に貢献し時代の 要求に応える人材の育成」であった.その後、ナノデバ イス・バイオ融合科学研究所に改組され、ミッションは「半 導体技術とバイオメディカルサイエ ンスを融合する基盤 技術の開発」となり、2016年に生体医歯工学共同研究拠 点」に指定された.現在は、ナノテクノロジープラット

		Nanofab platform
5	Laboratories	ナノデバイス・バイオ
45		融合科学研究所
3F	研究室	ナノ集積科学研究部門
2F	研究室	集積科学研究部門
	研究室	分子生命情報科学研究部門
#************************************	研究室	集積医用科学研究部門
·····································		ナノテクノロジープラット
事務室 クラス100 (520m ²)	クラス10 (310m ²⁾	フォームプロジェクト
West Ruilding	Fast Building	

図1 広島大学 ナノテクノロジープラットフォームプロジェクト 微細加工プラットフォーム

分類	装置群	装置例	装置数
半導体デバ	半導体微細パターニング装置群	ポイントビーム型電子ビーム描画装置	4
イス一貫試	半導体微細プラズマ・エッチング装	Si 用 ICP(誘導結合プラズマ)エッチング装	10
作ライン	置群	置	
	酸化・アニール・不純物注入装置群	酸化・拡散炉/イオン注入装置	7
	半導体薄膜成膜装置群	減圧 CVD(化学気相成長)装置	16
	半導体特殊プロセス装置群	ALD(原子層蒸着)装置	5
電子デバイ	薄膜物性評価装置群	X線光電子分光分析装置	5
ス物理特性	CMOS・バイオナノチップ電気特性	マニュアルプローバ及び半導体パラメータア	10
評価装置	評価装置群	ナライザ	
	バンデグラーフ・イオンビーム加速	ラザフォード後方散乱(RBS)測定装置	1
	器施設		
	電子顕微鏡微細形状観察装置群	走査電子顕微鏡/集束イオンビーム加工装置	3

表1 広島大学 微細加工 PF の共用設備

フォーム,生体医歯工学共同研究拠点,および RNBS 各 競争的資金プロジェクトの3つが重なり合って研究開発 を進めている.2020年には,地域イノベーション企業ネッ トワークのハブとして,経済産業省「J-Innovation HUB 地域オープンイノベーション拠点国際展開型」に選抜さ れている.

1.2 広島大学 微細加工 PF の共用設備

広島大学 微細加工 PF は多数の設備を供用し(表 1), 半導体デバイスー貫試作ラインを提供し,併せて電子デ バイス物理特性評価を支援する.スーパークリーンルー ム西棟に Si-CMOS 試作ラインを設置する(図 2)が,SiC やパワーデバイス,バイオチップの試作も支援する.超 高精度電子線ビーム描画装置は世界最小加工寸法の原子 数十層オーダー6 nmの超々微細加工を可能にしている. 本稿の対象である AN-2500 バンデグラーフ加速器は電子 デバイス物理特性評価装置の一つの施設として運用され (図 3),共用装置のリストには,「ラザフォード後方散乱 (RBS)測定装置」の名で登録されている[5].



図2 スーパークリーンルーム西棟 Si-CMOS 試作ライン



図3 バンデグラーフ加速器施設

1.3 広島大学 微細加工 PF の支援活動

広島大学 微細加工 PF は 8 人のメンバーで運営してい る.8 人のうち 2 人は他の組織から兼務で加わっている. その一人は 2018 年度に、「シリコンのトータルソリュー ション」の題名で若手技術奨励賞を受賞した [6].

利用形態は他のプラットフォームとほぼ同じで,その 内容を表2に示した.成果非公開の利用も可能であるが, 民間企業等との共同研究が成果非公開型へ移行した場合 は,NPJ事業から自主事業での実施に変更となる.中国・ 四国の半導体関連メーカーとの共同研究が多い.共用機 器の中には,「技術代行専用」と指定されたものがあり, 本稿の対象となる「ラザフォード後方散乱(RBS)測定装 置」にはその指定がなされている.機器利用に高度の技 術が必要なためである.

利用実績(図4)では技術代行が多い. 令和元年度は 52件のプロジェクトを支援し,内23件が技術代行,8 件が非公開だった. 平成24年度以降の支援プロジェクト 件数は,40件以下になったこともあるが概ね50件前後 で推移している. LSIの試作など,100ステップに及ぶ長 い工程のプロジェクトもあり,そのため支援プロジェク ト件数は限られがちである. 広島大学 微細加工 PF は NPJ の教育活動も分担す る.夏季セミナー:月〜土 設計〜作製〜測定の「短期試 作 CMOS-IC」を行っている.広島大学の社会人向け教育 プログラムの一環として全国の企業から参加者を募るが, NPJ の学生の夏の研修プログラムにもなっている.NPJ の研修コースは英語で研修できる.2020年はコロナ禍の ため,WEB 経由で実践コースを開催した.2日で設計し, 3日で作り,土曜日にプローバーに載せて特性を測定する. 製造工程の空き時間には講義を行う.

2.静電型加速器を用いたイオンビーム 分析

2.1 バンデグラーフ加速器

物質の究極の姿を明らかにしようと,加速器で荷電粒 子を加速・照射して原子核や素粒子の振る舞いを調べる. 加速器が生み出す高速イオンビームの物質との相互作用 から,LSI製造の要素プロセスとなったイオン注入技術が 生まれ,散乱・生成した粒子を検出して分析が行われる ようになった.

表 2 広島大学 微細加工 PF の支援形態

	支援形態	支援内容
(A)	共同研究	利用者と支援者が共同で実施する成果公開型研究
(B)	機器利用	利用者が自立して、自ら機器を操作する技術支援
(C)	技術代行	支援者が利用者に代行して設備を操作する技術支援
(D)	技術相談	利用者からの相談に専門家として応える技術コンサルタントとしての支援
(E)	技術補助	支援者が補助し、操作方法を指導しながら、利用者が機器を操作する技術支援





加速器の形態には、サイクロトロンのような円形加速 器、電荷を積み上げる静電加速器などがあり、分析機器 の多くは静電加速器を用いる.これには、整流管(整流器) とコンデンサを組み合わせた倍電圧整流回路を積み重ね るコッククロフト型、絶縁性のベルト表面にコロナ放電 で電荷 q をスプレーし、高電圧電極(ターミナル)とグ ラウンドとの静電容量 C に蓄えて V=q/C で電圧を発生さ せるバンデグラーフ (Van de Graaff: VdG)型(図5)が ある.静電気を積み上げて電圧を発生させるという単純 な原理のため、卓上に載るような小型の VdG はベルト起 電器として高校理科の教材になっている.この単純な構 造のため電圧の安定度が高く、分析に用いた時は、バッ クグラウンドノイズが低く高感度になる.高電圧を得る には大型にする必要があり、20MV くらいまで電圧を上 げられるが、加速管の全長は 20m 近くになる.

2.2 イオンビーム分析

イオンビームを物質に照射すると、様々な現象が起こ る(図6).物質内に入ったイオンは物質を構成する原子 に阻まれて物質中に止まる.イオンは物質中で不純物と なり、LSI 製造工程で多用されるイオン注入となる.結 晶格子はイオンビームから見る方向によっては原子の存 在しない空間が筒状に存在する.この方向に入射したイ オンは原子に衝突せずに通過してしまうチャネリングが 起こる.イオンはそのエネルギーを物質中の原子に与え、 原子が励起状態から定常状態に復帰するときに励起エネ ルギーを電磁波として放出する.物質中の原子をイオン 化し、二次イオンとして放出する.イオンビームは原 子に散乱され、エネルギーや進行方向を変える.このよ うに、放出される電磁波、イオンなどは物質の影響を受 けているから、これらを検出・測定すれば物質の分析が



図 5 バンデグラーフ加速器原理図



図6 イオンビームと物質の相互作用

検出信号	分析法		
散乱イオン	ラザフォード後方散乱分光	RBS*	Rutherford Backscattering
			Spectroscopy
	チャネリング	RBS-C*	RBS-Channeling
特性X線	荷電粒子誘起特性 X 線	PIXE*	Particle Induced X-ray Emission
			Spectroscopy
オージェ電子	オージェ電子分光	AES	Auger Electron Spectroscopy
二次イオン	二次イオン質量分析	SIMS	Secondary Ion Mass Analysis
	反跳粒子分析/水素前方散乱	ERDA * /	Elastic Recoil Detection Analysis/
		HFS*	Hydrogen Forward Scattering
放射線	核反応	NRA *	Nuclear Reaction Analysis
	共鳴核反応	RNRA*	Resonant NRA
	共鳴核反応即発γ線	PIGE*	Particle Induced Gamma Emission

表3 イオンビーム分析法

できることになる.

表3にイオンビーム分析法を列挙した. *のついた分 析法は,西山氏が豊富な経験・実績を持っているもので ある.

表3のいくつかについて説明を加えると、RBSは、 MeV 領域のHまたはHe イオンビームを 固体表面に照射 し、散乱されたイオンのエネルギースペクトルを測定す ることにより試料を分析する方法である.また、PIXEは、 MeV 領域のHまたはHe イオンビームを固体表面に照射 し、元素の内殻電子を弾き出し、外側の殻から電子が遷 移して発生した特性X線のエネルギースペクトルを測定 することにより試料を分析する. さらに、ERDA は、イ オンビームを固体表面に照射し,反跳によって放出され たより軽いイオンのエネルギースペクトルを測定するこ とにより試料を分析する方法で, RBS では検出不可能な 水素などの軽元素を高い感度で検出できる.NRA は、入 射イオンビームを固体表面に照射し,核反応によって生 じた粒子線やγ線のエネルギースペクトルを測定するこ とにより試料を分析する. このほか, AMS (Accelerator Mass Spectrometry:加速器質量分析 AMS)は、試料を イオン化・加速して質量分析を行い、試料中の元素の同 位体存在比を測定する方法で、試料の年代測定に用いら れる [7].

イオンビームはイオン注入や微細加工にも用いられる. これらの用途での加速電圧は数十 kV のものが多い.集 束イオンビーム加工装置(FIB)は、イオンビームで試料 を切削する過程を、SIMS で観察する機能を持っている が、加速電圧は 30kV 程度である.これに対し、広島大 学にある VdG の加速電圧は 2.4MV とはるかに高いため, RBS, PIXE などのイオン分析ができる.

2.3 イオンビーム分析法の特徴と分析成果

イオンビーム分析法の特徴は、①非破壊分析、②多元素 同時分析、③高感度、④深さ方向分析(Depth Profiling) が可能な点にある.バンデグラーフ加速器の特徴は、先 に挙げた電圧安定性に加え、加速器を立ち上げてすぐ測 定に入れ、構造簡単のためメンテナンス容易、2.5MV 以 下の加速電圧では放射化物の生成が少ない、などにある.

この特徴を活かし,西山氏は,NPJに先立ち,図7のようなイオンビーム分析を広島大学に設置されたAN-2500で実施した.



3.1 装置導入・分析機能整備

広島大学は1982年の工学部を皮切りに,広島市内に 散在していた施設を,東に隣接する東広島市の東広島 キャンパスに統合移転することとなった.旧工学部キャ ンパスには1962年に設置された600kVコッククロフ ト型加速器があったが,老朽化やトリチウム汚染の懸念 から,設備を更新することになり,日新ハイボルテージ (NHV)社のバンデグラーフ加速器AN-2500型(図8)が,



図7 バンデグラーフ加速器 AN-2500 で実施されたイオンビーム分析



図8 バンデグラーフ加速器 AN-2500(左:圧力容器、右:加速器本体)

1983年3月に納入された.最大加速電圧は2.5MVである. 圧力容器は長さ約3m,容積1.5m³で,図5と異なり絶 縁ベルトは水平方向に走る横型になっている.図8右中 央の先端が球形になっているところに電荷が溜まる.蛇 腹部分は絶縁カラムで1層ごとに電圧勾配を一定に保つ ための抵抗が接続されている.西山氏は1965年からコッ ククロフト型加速器の運転・保守,中性子計測用エレク トロニクスの組み立て・調整等に従事していたので,バ ンデグラーフ加速器AN-2500の担当となった.

当初の導入の目的は中性子散乱実験だったが,納入された頃には原子核実験の興味が中・高エネルギー領域に移っており,この加速器で出来る原子核の実験はもはや残っていなかった.一方,1970年代後半から,原子核研究から撤退した小型加速器をイオンビーム分析に転用する流れが起こっており,AN-2500は中性子を発生させることなく,分析専用機としてスタートした.

ところが、加速器に続いて納入された分析チャンバーは、 直径・高さとも 600mm もあり、試料をセットしてビーム を通せるまで真空度が上がるのに1時間以上かかる上,試 料ホルダーに装着できる試料数が少ないなど使い勝手が悪 かった. 小容量, スループット向上, 二次粒子バックグラ ウンドの低減等を念頭に,西山氏は,設計・製図の教科書 と真空材料のハンドブックを首引きで調べ、何度も図面を 引き直して新チャンバー設計し、内径・高さとも 200mm の小型チャンバーを製作した. 排気に要する時間は大幅 に短縮された. さらに, 既存の Ge X 線検出器に加えて新 たに Si (Li) X 線検出器を導入,加速電圧の安定化,イオ ン源ガスボトルの増設(ビームのイオン種を3から5に) 等様々な改良を行って,分析のニーズに応えた.分析チャ ンバー同様、西山氏が図面を引き、半田付けや機械加工、 組み立てを自ら行って、加速器実験室が出来上がった(図 9). 写真の壁の背後に加速器が遮蔽・設置されている.



図9 広島大学 AN-2500 バンデグラーフ加速器:加速器実験室と仕様・性能

3.2 AN-2500 バンデグラーフ加速器の保守・地震後の修復

バンデグラーフ加速器本体および付随する真空装置・ 冷却水循環装置・計測用エレクトロニクス等すべての装 置・機器のメンテナンスは、すべて西山氏が行っている.

例えば、加速器本体は、原則として年に1回タンク(圧 力容器)を開けてチャージングベルトのテンション・ト ラッキング調整、チャージングスクリーン・コレクター スクリーンのクリーニング、RFイオン源のチューニング などを行うが、トラブルが発生したらその都度タンクを 開けて修理を行う.運転時間が1000時間を超える毎に 加速器を分解し、すべてのパーツの点検・クリーニング を行い、再組立・調整を行って運転を再開する.保守の ための分解・組立てに加え、使用する分析法ごとに部品 を交換することが多く、重い部品の装着にはクレーンを



図10 チャネリング測定のためにゴニオメータを装着



使う (図 10). 絶縁のために入っている SF₆ ガスの回収・ 再充填の作業もある. トラブルや修理の詳細を記録した ノートは現在 21 冊目という.

計測用エレクトロニクスでは、エネルギースペクトル を取得する計測システムが3系統あり、同時に3個の検 出器を使用することができるが、計測用エレクトロニク スモジュールの多くは購入後30年以上経過しており、し ばしばトラブルが発生する.取扱説明書についている回 路図を見ながら、信号をオシロスコープで追って不良部 品を見つけて交換している.

2001年3月24日の芸予地震(M6.7, 震度6弱)から7ヶ 月以上経過した11月4日に,操作卓の前にいたら突然 ジェットエンジンの逆噴射のような音がした.急いで圧 力容器を開けて見たら,絶縁カラムと加速管が破断して いた.横置き型の加速器はカンチレバー構造のため地震 に弱い.軽量化が必要と考え,ターミナルアセンブリー を解体して再構築,不要部品を取り外し,重量部品は軽 量品に交換,ターミナルシェルをステンレスからアルミ 合金に換えた.復旧には2年かかったという.

手厚い装置改良・保守のもとで,適切な手法選択,こ れに伴う測定系セッテイングを行って,数多く,様々な イオンビーム分析が行われた.



分析目的に応じ,分析法を選び,分析チャンバー内の 測定系セッテイングを行って,多様なイオンビーム分析 が行われた.

一つの例は、ある企業から Si 基板上に成膜した YSZ (イットリウム安定化ジルコニア)のYとZrの比を出し てほしいという分析依頼である、YとZr は原子番号と質 量数が1しか違わないので RBS では分離が難しいが PIXE と組み合わせると分離できる、図11 左の分析チャンバー



図 11 RBS / PIXE セッテイングによる Si 基板上に成膜した YSZ の RBS スペクトル

内のセッテイングにより RBS と PIXE による元素分析を 行い,その結果を元に計算した結果が RBS 測定に重ねて 記され(図11右),図中に Zr,Y と記された高さに相当 する量がそれぞれ存在することが分かった.YSZ 中に存



図 12 InGaAs における RBS[9]

在する O のピークが見え,また多くの Zr に不純物として 入っている Hf の小さなピークが見えている.

結晶の組成比は,化合物半導体について RBS で求めた 例もある [8][9].光通信帯光源が利用可能なテラヘルツ (THz) 波発生検出用光伝導アンテナ(PCA)用低温成長 GaAs 系半導体を分子線エピタキシャル(MBE)法を用い て成長し,その結晶構造を RBS で評価した.220℃で成 長した In_{0.45}Ga_{0.55}As の RBS スペクトルの内, In 信号に着 目し,試料の表面に対して [100] 方向と [110] 方向に関 して角度スキャンを行い,400℃と550℃で1時間アニー ルした試料と比較した(図12).実験結果を解析し,結 晶内の置換型原子の割合を算出した結果,全 In 原子の内,約40% が格子間に含まれていることが明らかになった.

図 13 は SiGe/Si に C を 0.7% 加えた試料の共鳴散乱に よる測定例で, RNRA 測定により,検出感度が通常の RBS 測定の 100 倍以上になるため, C の検出ができている.

結晶格子のある特定方向からイオンビームを照射する と、イオンビームは結晶を構成する原子に妨げられずに



図 13 RNA / RNRA セッティングと共鳴核反応(RNRA)よる SiGe/Si 中の C の分析



図 14 ゴニオメータをセットしてチャネリングにより SiC の結晶性の変化を測定

800



図 15 ERDA / RBS をセットして Si 基板上 DLC 中の C, Hを定量

通過するチャネリング現象が起こる.不純物が入って格 子が乱れるとチャネリングが妨げられるので,チャネリ ング測定によって不純物の位置や結晶性の評価ができる. SiC 単結晶に Ar イオンを照射し,照射量により結晶性が 変化した例を示す(図14).

イオンビーム分析に限らず、検出対象に適した分析法 がある. ERDA と RBS とをセッテイングし、Si 基板上 DLC (ダイヤモンドライクカーボン)中のCを RBS で、 Hを ERDA で定量した(図15).



1983 年に AN-2500 バンデグラーフ加速器が広島大学 に導入されてから 37 年,西山氏は導入時からこの装置を 担当してきた.中性子実験用からイオンビーム分析用に 生まれ変わらせ,独りで測定系・装置の維持・管理・改 良を重ね,バンデグラーフ加速器でなければできないイ オンビーム分析を支援してきた.技術代行の形で支援を 行っているが,企業からの依頼は半ばを超えるという. 核反応で元素比がわかると聞いたからと頼んできたりす る.守秘契約を結んでも,目的を知らされずに依頼され ることもある.ユーザーにはもっと情報を提供してほし いという.成果事例が広まれば利用は拡大しよう.

一方,メンテナンス要員の後継者難,補修部品の入手 困難などで,国内の小型バンデグラーフ加速器は10台以 上あったのが現在は3台になってしまった.広島大学の 他は,法政大学と受託分析の住重アテックスにあるだけ になった.西山氏は代替可能な部品を自作し,シャット ダウンした他大学から補修部品を譲り受けたりして,維 持してきた.1983年に設置した時より安定で,分析手段 は増えているという.特色ある分析手法とそのための装 置の今後のあり方,という課題が投げかけられた.



[1] 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業 技

術スタッフ表彰

https://www.nanonet.go.jp/ntj/award/

- [2] ナノテクノロジープラットフォーム令和2年度秀でた
 利用成果と技術スタッフ表彰者が決定!!
 https://www.nanonet.go.jp/ntj/topics_
 gov/?mode=article&article_no=5391
- [3] nano tech 2021 第 20 回国際ナノテクノロジー総合展・ 技術会議 開催 https://www.nanonet.go.jp/ntj/topics_ gov/?mode=article&article_no=5405
- [4]「AN-2500 バンデグラーフ加速器と共に 37 年 優秀技 術賞受賞」
 https://www.nanonet.go.jp/pages/research_support_ award/R02_Award_1.pdf
- [5] 広島大学微細加工プラットフォーム https://www.nanonet.go.jp/ntj/insti/hiroshima-u/nf/ http://www.nanofab.hiroshima-u.ac.jp
- [6] 若手技術奨励賞 佐藤 旦「シリコンのトータルソ リューション」NanotechJapan Bulletin Vol. 12, No. 4, 2019 https://www.nanonet.go.jp/magazine/feature/ outstanding-staff/15.html
- [7] 笹川 薫「イオンビーム分析概論 (I) (HEIS, MEIS, LEIS)」, Journal of Surface Analysis Vol.12 No. 4 (2005) pp. 435 - 441
- [8] NPJ 成果事例 F-RO-2014-001: ラザフォード後方散乱 法を用いた低温成長 In_xGa_{1-x}As の結晶構造の作製及び 解析

https://www.nanonet.go.jp/case/content/case/NP/F/ RO/F-RO-2014-001/H26-F-RO-01.pdf

[9] 富永 依里子,角屋 豊,「InP 基板上低温成長 In_xGa_{1-x}As の結晶構造の成長温度およびアニール温度依存性」, 「材料」(Journal of the Society of Materials Science, Japan), Vol. 64, No. 9, pp. 696-700, Sep. 2015

(図は全て広島大学から提供された)

(古寺 博)