

BL13XU 表面界面構造解析

1. はじめに

SPring-8年報2001年度版の、表面・界面X線構造解析の記事においては、対象が希薄であるため、安定、かつ、大きなX線光子密度と可能な限り低いバックグラウンド強度環境とが要請されると書いた。前者の安定、かつ、大きな光子密度に関係した更新事項として、ビームラインモノクロメータのステージを改造したことを既に報告した^[1]。また、ユーザー実験に応じて重量1トンの超高真空チャンバを回折計に載せかえた直後15 μ m沈降する一方、その後は安定したことを記録した。今回まずX線バックグラウンド散乱強度の低減化に関して報告する。

ほかの最新内容は、ダイナミック・フィードバックコントロールシステムの設置である。このシステムを、動力学的X線回折測定と高エナジX線利用実験のための準備と位置付けた。活動状況などを最後に報告する。

2. X線バックグラウンド散乱強度の低減化

試料前に配置するコリメータと試料後方に設置するビームストップの組み合わせによって、X線散乱強度をおさえる。(これは普通に用いられる方法のひとつである。) このコリメータは、ビーム整形スリットと試料の間に置かれる。そのビーム整形スリットの刃から生じる散乱X線を防止する効果が特に大きいと期待している。図1は、実験ハッチ1の多軸回折計にそのペアをセッティングした場合である。そのコリメータは「半割」した2個のPbピースからなり、0.3 \times 0.3 mm、長さ100 mmの隙間をもつ。これは周辺技術

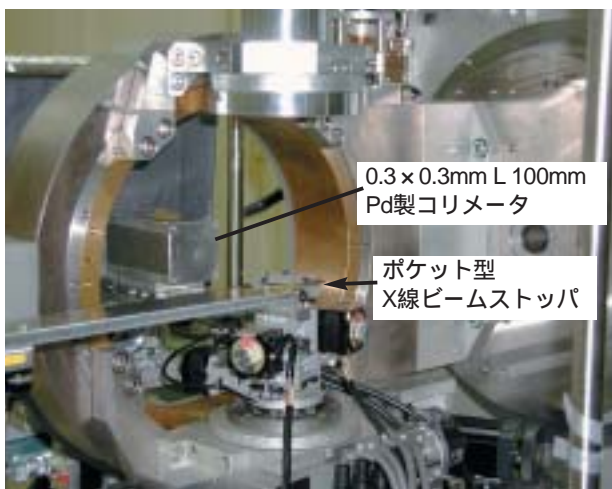


図1 Pb製コリメータとダイレクトビーム・ストップ

グループの指導のもと製作された。ダイレクトビームストップは、Pbに穴の開いた構造になっているので、これをポケットと称した。そのストップはBL02B2で使われているものを参考にした。このペアを使う前後で、散乱強度は低減化したが、とくに低2 θ において、その効果が著しかった(ここでは、その結果を表示していない)。

3. X線強度ダイナミック フィードバック コントロール システム

標記システムを準備する動機は以下の通りである：薄膜構造解析や表面吸着構造解析に動力学的X線回折を適用する際、および、高エナジビームを利用する際の両方の場合に、本システムを用いてビームコンディショナを制御すること。安定性、 所望の角度発散を有するX線ビームの作成、 高エナジX線の抽出について、そのシステムの性能を評価した。その3項目のテストでは、ビームコンディショナとして、Si(004)チャンネル・カット結晶を用いた(図3)、 θ では用いた入射X線のエナジは15.9 keVであった。 θ では47.4 keVを切り出した。

本システムをonにしたとき、IC2とIC1の比(IC2/IC1)はほぼ一定であった(図4)。その最大強度と最小強度の平均値からのはずれの大きさは平均値の $\pm 0.4\%$ であった。その図には、本システムをoffにしたときの結果もせた。IC1のわずかな変動が、増幅されたようにIC2/IC1比に観察された。(参考：そのチャンネルカット結晶を回転して得られた、ビームラインからのビームのFWHM角度発散は6.3 arc secで

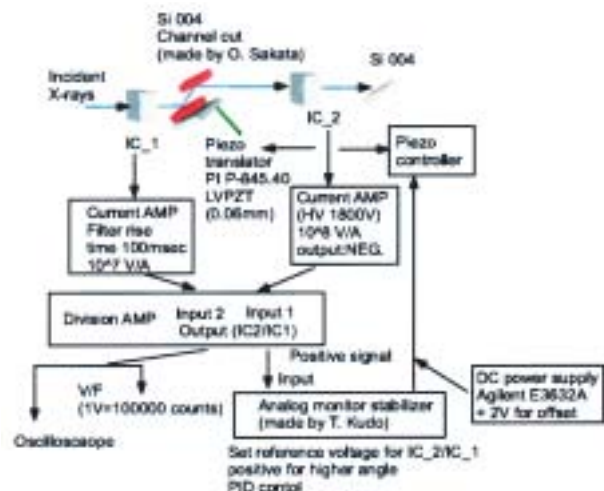


図2 X線強度ダイナミック フィードバック コントロール システムのブロック・ダイアグラム例

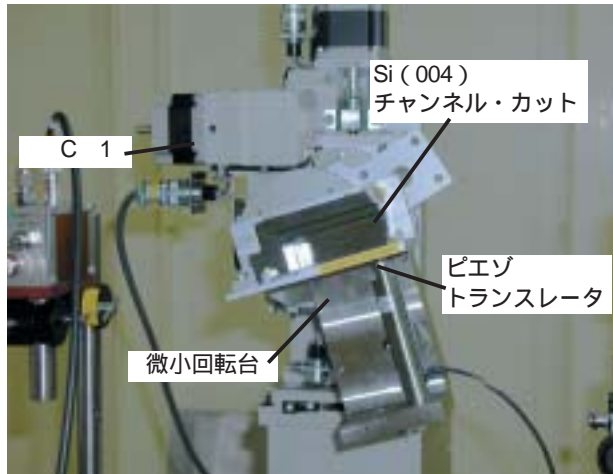


図3 IC1とIC2とに挟まれたSi(004)チャンネルカット結晶。微小回転台に取り付いたピエゾ トランスレータの伸縮によって、結晶の回転を制御した。

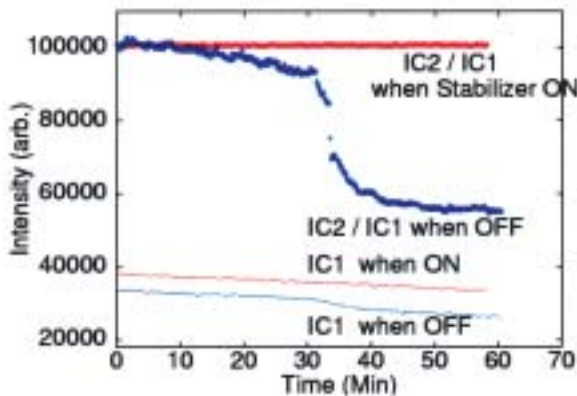


図4 イオン・チャンバで測定されたX線強度の時間変化。

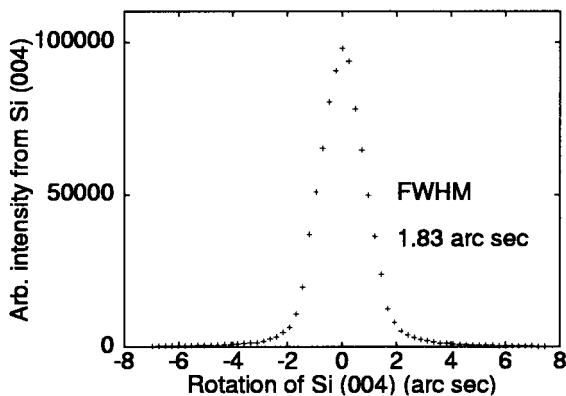


図5 Si(004)チャンネルカットからのX線ビームの角度プロファイル。X線エナジは15.9 keV。

あった。)

そのチャンネルカット結晶の下流にSi(004)を置き、平行配置を作った。その第2結晶を回転し、評価されるチャンネルカット結晶からのFWHM発散角(1.8 arc sec)を測定した(図5)。この測定値は、ほぼ計算値と一致している。

に関して、ビームライン モノクロメータの角度をSi

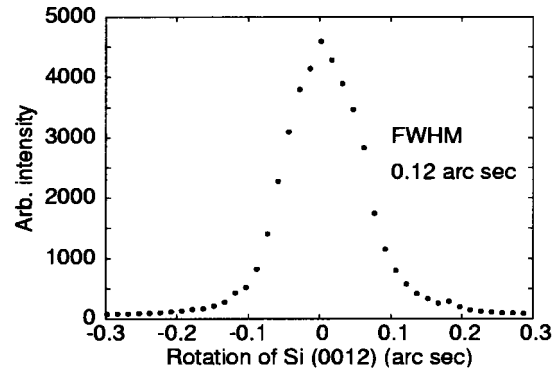


図6 Si(0012)チャンネルカットからのX線ビームの角度プロファイル。X線エナジは47.4 keV。

(333)、47.4 keV用にセットした。同時に生じるSi(111)からの15.8 keVのX線は、厚さ10 mmのアルミニウムブロックをそのチャンネルカット結晶の上流側に据え置いて、落とした。そのチャンネルカット結晶、および、その下流の結晶面を双方とも(0012)に変えて同様に測定した(図6)。プロファイルのFWHMは計算値の3倍となった。この条件では、ダイナミック フィードバック コントロール システムは予想の性能を発揮していない。モニター スタビライザのせいではないと推測している^[3]。そのチャンネルカット結晶がゆれにゆれていた。対策のひとつとして、ピエゾ トランスレータを短いものに変え、精度をより向上させることを計画している。

3節をまとめると、a) 20 keV以下の動力的回折測定には、本システムは安定に機能する。b) 高エナジ利用測定では、修正の余地がある。そのシステム設計、準備にあたり、工藤統吾氏、西野吉則氏に助言をいただいた。(参考記事^[2])。システムの核であるモニター スタビライザは工藤氏からお借りした。今井康彦氏と評価実験した。理化学研究所石川研究グループのDeckel NC milling machineをお借りして、結晶を加工した。山崎 裕史氏、清水 康宏氏からその装置の使用法の教育を受けた。

4. 活動状況

2002A、2002Bのビームタイムの使われ方を整理する。それぞれのテーマは複数の側面をもつので、多次元統計処理が必要である。ここでは試料、対象、手法、実験ハッチを函数として分類してみた。表1と表2に示す。半導体結晶、金属結晶の研究が多い。ビームラインができてすぐに共同利用になったこととも関連すると考えているが、立ち上げ課題もあった。ハッチ利用率(表3)は、2002年通年では超高真空チャンバ用回折計(青土俵)の方が、大気中の多軸回折計よりも利用が多かった、ことを示している。これは表面構造の研究がより時間を使ったと言い換えることもできる。成果については、ハッチ1の利用実験に関して、論文1件が発行された。ハッチ3に関連して特許1件を出願した。

表1 2002Aビームタイムの配分。四捨五入の関係で、100%と合わない。実験ハッチのことをハッチと表中では記した。

GID:微小角配置測定、CTR:crystal truncation rodに沿う測定、XSW:定在波測定、Ref:鏡面反射率測定、D:4軸モードの測定

試料	対象	手法	ハッチ	シフト数	%	小計%
Si 上	表面	GID,CTR	3	27	12	37.3
Si 上	金属ナノワイヤ	XSW	3	36	14.7	
Si 上	薄膜界面	Ref	1	21	9.3	
金属	表面	GID	3	33	14.7	26.7
金属	溶液中界面	D	1	21	9.3	
金属	膜	D	1	6	2.7	
有機	薄膜	GID	1	6	2.7	2.7
立ち上げ	回折計	-	3	45	20	28
立ち上げ	モノクロ	1	-	18	8	
No beam					5.3	5.3

表2 2002Bビームタイムの配分。四捨五入の関係で、100%と合わない。

試料	対象	手法	ハッチ	シフト数	%	小計%
Si 上	表面	GID,CTR	3	15	7.9	30.5
Si 上	ワイヤ	XSW	3	21	11	
Si 上	薄膜界面	Ref	1	6	3.2	
Si	表面	CTR	1	15	7.9	
金属	表面	GID	3	51	26.8	34.7
金属	溶液中界面	D	1	9	4.7	
有機	薄膜	D	1	6	3.2	
有機	薄膜	GID	1	18	9.5	9.5
酸化物	超薄膜	D	1	15	7.9	7.9
立ち上げ	酸化物ナノワイヤ	手法開発	1	15	7.9	17.9
立ち上げ	装置	-	1	19	10	

表3 実験ハッチの利用率

	ハッチ1	ハッチ3
2002A	32%	63%
2002B	54%	46%

参考文献

- [1] 坂田修身：SPring-8年報 2001年度(2002)60.
- [2] 工藤統吾他：日本放射光学会誌 16(2003)39.
- [3] 工藤統吾氏とのPrivate communication.

利用研究促進部門Ⅰ
 構造物性 グループ・表面構造チーム
 坂田 修身