

BL15XU 高エネルギー帯域先端材料解析

1. ビームライン概要

本ビームラインは、旧科学技術庁無機材質研究所が、航空・電子等技術審議会第23号答申（平成8年度）に基づいて平成9年度より6年計画で実施された「SRを用いた研究及び施設整備の総合的推進（第3世代光源（SPring-8）を利用した材料の超精密解析に関する研究）」の基盤をなす重要な設備として計画され、平成10年度より2ヶ年で設置作業を終了させたものである。完成届けは、平成12年3月末に提出された。現在は、独立行政法人物質・材料研究機構物質研究所に所属する専用ビームラインとして位置づけられている。このビームラインは、未知物質の解析に対する汎用的な性能、すなわち構造解析及び電子状態解析を1本のビームラインでまかなえるよう軟X線から硬X線まで（0.5～60keV）の任意の単色光が取り出せることを目標スペックとして計画され設置されたものである。本ビームラインの略称「広エネルギー帯域」は、ここから来ている。図1に概要を示すが^[1]、光学ハッチにミラーの無いミラーレスアンジュレータビームラインであるという、他にはないユニークな特徴を持つ。

2. ビームラインの現状

2-1 アンジュレータ

本ビームラインにおいては、すべてのエネルギー領域の光をアンジュレータにより供給する。そのために特に工夫された本ビームラインの心臓部とも言えるリボルバー型アンジュレータ^[2]は、設置以来順調に稼働してきた。SPring-8挿入光源グループによる2001B直前の緊急調整で正常に復帰できたステアリングマグネットの問題も、2002年夏に新しいマグネットと入れ替えることで解決された。また、ギャップ制御系のリニューアルも併せてなされている。

2-2 初段分光器

2～20keVでミラーレス光学系による高度単色光発生に成功したのに引き続き、Si（111）面での3次光以上を用いたビームスタディを行い、目標仕様通りの60keVまでの発光を確認した。この領域では1次光はスリットだけでカットできるが^[3]、より高次の光は軸が近接しておりスリットではカットできない。しかし、ほとんどの検出器はエネルギー分析能を有しており、20keV以上の領域では高次光の影響を容易にのぞけると考えられる事から、このエネルギー領域でも単色光相当による実験が可能と言える。20keV以上の領域での各高次光成分それぞれのバンド幅についても、 $E/E \sim 10^{-4}$ 程度であることが確認された。

また、物材機構独自開発の分光結晶であるYB₆₆（400）による第三世代光源初の光源光単色化が前年度に実現されたが^[4]、引き続き同分光系によるビームスタディも続けられている。SSRLでのビームスタディで観測された006反射によるグリッチも、本ビームラインは光源がアンジュレータであることから観測されなかった^[5]。1～2keVのビームとしては、フロントエンドスリットを0.3mm×0.3mmとした場合に、試料上でほぼ $10^9 \sim 10^{10}$ photons/secが得られ、バンド幅はSSRLの半分程度になっていることがわかった。図3に、吸収電流法で得られたSi K吸収端のXANESを示す。

以上の結果から、1～60keVでミラーレス光学系により、高度に単色化された挿入光源光が確実に利用できることが確認されたと言える。

2-3 実験装置

開発研究の対象である光電子顕微鏡以外の実験装置の立ち上げも、2001B以来ある程度順調に進んでおり、専用ビームラインの本来の利用実験が少しずつ実施される様にな

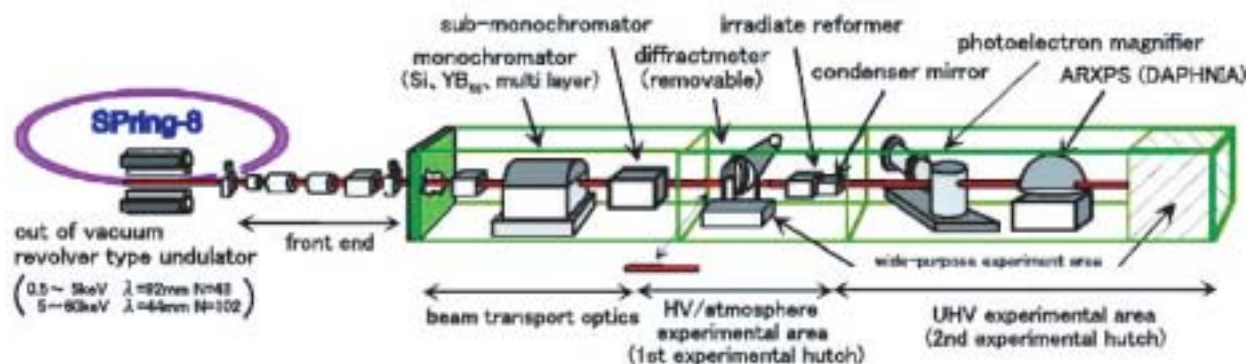


図1 BL15XUの概要

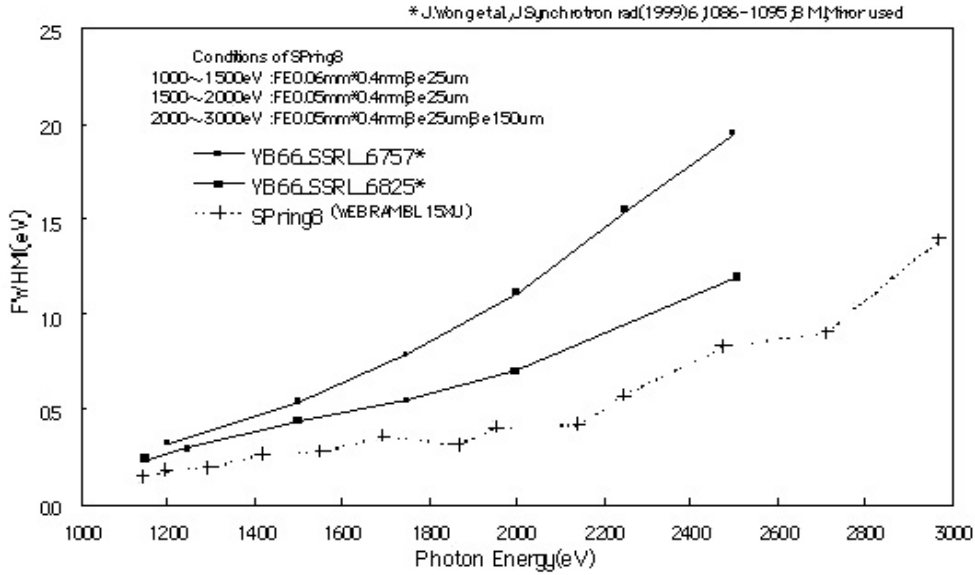


図2 YB₆₆(400)を用いた初段分光器の1~3keVでのバンド幅

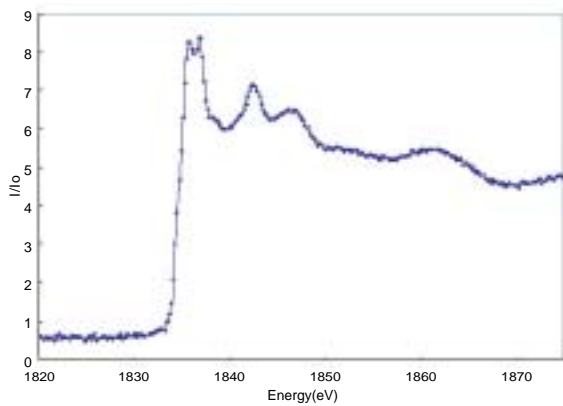


図3 YB₆₆(400)によるSiウェハ-のSi K吸収端

ってきた。また、2002Bより文部科学省ナノテクノロジー総合支援事業に参画し、ユーザータイムの20~30%程度を共同利用にも提供している。

ナノテクノロジー総合支援事業に供しているのは、粉末回折計(小角散乱および高精度粉末回折実験)と光電子分光装置(高エネルギーXPS)である。また、高真空・大気実験エリアに固定装置が無いことから、ユーザー独自の実験装置の持ち込みによる課題実施もなされている。また超高真空実験エリアの最後部にも、支援事業による課題に対応した外部ユーザーによる持ち込み装置が設置された。2001年度よりやはり稼働が始まった高分解能X線分光系も、専用ビームライン本来のしきい値励起分光による状態分析技術研究のみならず外部利用課題にも活躍している。

図4以降に、高エネルギー励起光電子分光実験の測定例

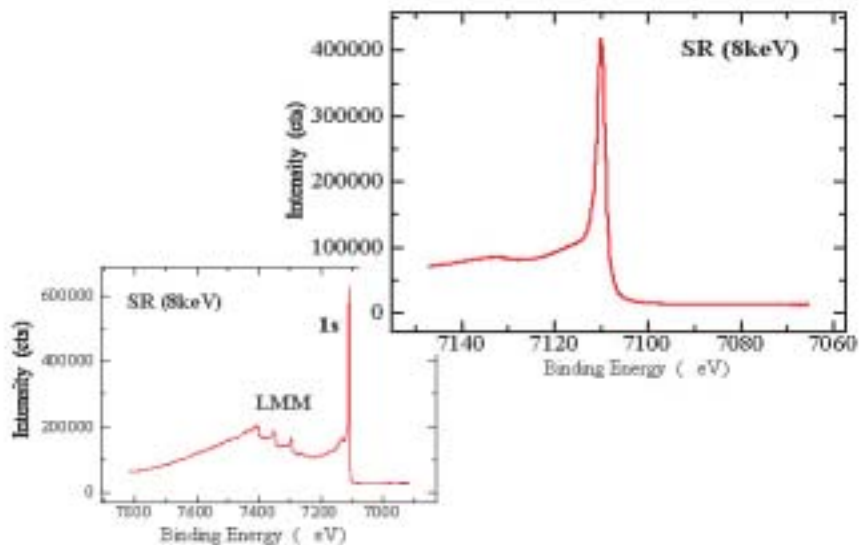


図4 金属Fe 1s光電子スペクトル

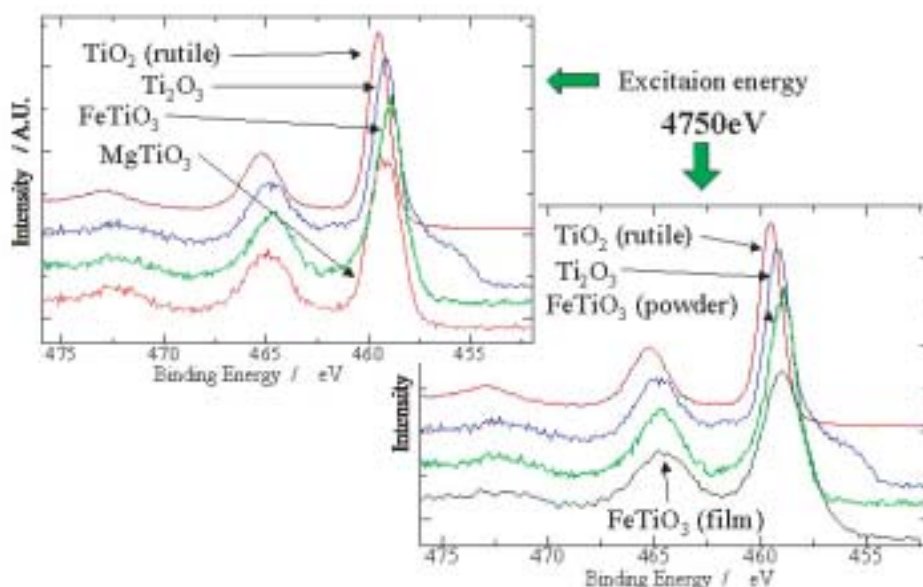


図5 高エネルギー励起によるTi 2pスペクトルを用いた状態解析の例。FeTiO₃薄膜以外はすべて粉末試料の測定。FeTiO₃中のTiは3価に近い状態であることがわかる。

を示しておく。図5は、金属Feの1sスペクトルである。励起エネルギーが1~60keVで任意に選択できることから、このような測定も比較的楽に実施できる。図6は、Ti酸化物のTi 2pスペクトルである。粉末の絶縁物試料の測定であるが、ほとんど問題なく測定されている。図のチャージアップ補正は、O 1sの位置を利用している。高エネルギー励起であるため得られる光電子の運動エネルギーも高いため、表面汚染に大変強い測定が大変容易に実現でき、特にスパッタクリーニングの不可能な試料には強力な分析手段である。現在、もっとも利用相談の多い装置となっている。

参考文献

[1] 吉川 英樹他 : SPring-8 利用者情報 7 (2002) 175.
 [2] T.Hara et al. : Nucl. Instr. Meth. Phys. Res., **A 467-468** (2001) 161.
 [3] A.Nisawa et al. : Nucl. Instr. Meth. Phys. Res., **A497** (2003) 563.
 [4] M.Kitamura et al. : Nucl. Instr. Meth. Phys. Res., **A497** (2003) 550.
 [5] M.Kitamura et al. : J. Syn. Rad., to be published.

独立行政法人物質・材料研究機構
 福島 整、吉川 英樹
 A. M. Vlaicu、安福 秀幸
 理化学研究所 播磨研究所
 二澤 宏司
 株式会社東芝
 北村 優
 スプリングエイトサービス(株)
 木村 昌弘、奥井 真人
 八木 信宏