

BL13XU

表面界面構造解析

1. 概要

2006年度も順調に利用研究の支援ができた。また、BL13XUを初めて利用するユーザーを多く迎えることができた。これは、SPring-8利用者懇談会の改組に伴い、新しく立ち上がった表界面・薄膜ナノ構造研究会のメンバーとの定期的な情報交換が役立ったと考えている。この新陳代謝が続くようユーザーの新規開拓を続ける一方、ユーザー研究のさらなる発展のために、過去に利用実績のあるユーザーの定期的利用をバランスよく促していくことがますます重要になると考えている。2006年度の年報のアウトラインは活動状況、新規装置の導入、ユーザー研究の紹介である。

2. 活動状況

2006年度の実施研究課題は50課題(成果占有課題2課題を含む)に上った。このうち21課題はBL13XUを初めて利用した研究グループのものである。図1は、課題数の分野ごとの内訳とシフト数の内訳を示している。研究課題として使われた総シフト数375シフトのうち42%は新規ユーザーである。有機薄膜に関する研究が課題数ではトップタイの30%、シフト数も2番目の16%と大きく増加したことが今年度の特徴の一つである。エレクトロニクス・情報材料に関する薄膜構造研究(LSI 関連、酸化物エレクトロニクス)は、課題数は30%、シフト数も28%と共に最大を占める。これは例年と同じ傾向である。表面の研究は、課題数、シフト数ともに安定してい

る。研究課題全体として、大学、研究所、産業界を問わず、課題内容は基礎的な研究・開発から応用の明確な材料研究まで広い範囲にわたるが、応用を目指した機能と構造に関する研究が増えている。

2007年2月19日には、平成18年度ナノテクノロジー総合支援プロジェクト ワークショップ "表界面・薄膜構造研究の回折法による新展開" (BL13XU ユーザー研究成果報告会) が実施された。17件の発表があり、利用研究の新しい展開につながる白熱した議論があった。そのワークショップの内容を117ページの報告書(JASRI図書室に蔵書)にまとめた。

2006年度に発行された学术论文等の数は14本、解説記事は2件、特許出願数は1件であった。新聞掲載は、平成18年9月22日付けの日刊工業新聞の第1面に掲載された"コンデンサーに新材料 薄膜で高誘電率確保"^[1]、及び、平成19年1月10日付けの同新聞21面(科学技術)に掲載された "次世代燃料電池触媒のルテニウム表面原子配列を解析—機能低下の仕組み確認"^[2]である。

3. 装置の高度化：超高真空中のX線回折測定用直接通電型の脱着式試料ホルダの新規作製

触媒作用といった表面の機能とその原子配列との関係を解き明かすために、原子及び分子の表面への吸着、脱離、あるいは表面における反応といった基本現象が現在、さまざまな解析手法を使って精力的に調べられている。X線回折法によ



図1 2006年度の利用研究 課題数の分野毎の内訳 (A) シフト数の内訳 (B)

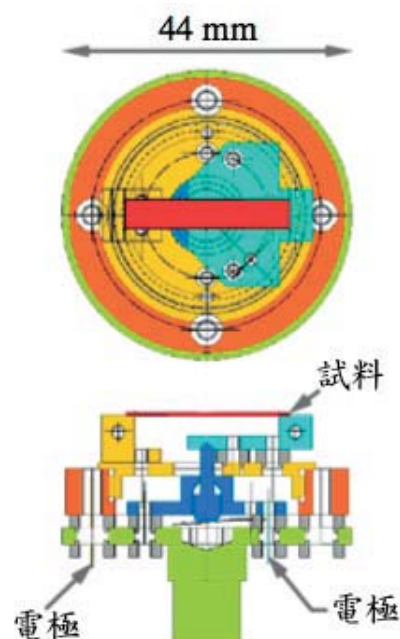


図2 直接通電型の脱着式試料ホルダ

る表面構造の観察では、超高真空環境（1ナノメートル角の領域に1時間に1個の原子、または分子が飛来する程度の真空）下で試料の温度を調整する必要がある。また、表面の不純物を取り除く清浄化作業では、試料を高温まで加熱する方法がよく利用される。特に、半導体結晶の加熱、表面清浄化では、結晶そのものをヒータに見立てて電流を流し、加熱、清浄化を行うことが可能である。この通電方式による加熱方法は、外部熱源によるものに比べ、加熱される領域を最小限に抑えることができ、余分なガスが発生しないため真空を悪化させない利点がある。

こういった経緯から、超高真空環境を保持しつつ試料を交換できる通電加熱方式の試料ホルダを製作した。図2の赤い領域が試料で、オレンジの領域と青の領域が電極になる。例えば、代表的な半導体であるシリコンを1200度程度まで容易に再現性よく加熱できる。試料を交換する際に超高真空環境を悪化させることがないので、半導体表面のその場観察を効率的に行えるようになった。この着脱式試料ホルダは今後、ユーザーの利用研究の質的向上、時間の節約に役立つと期待している。

しか起こさないのに対し、ルテニウム表面は特徴的である。ルテニウム金属の場合、ルテニウムと酸素原子の結合力が非常に強いため、深い層における金属結合にも影響を及ぼしていると考えられる。

文献

- [1] K. Takahashi, M. Suzuki, T. Kojima, T. Watanabe, Y. Sakashita, K. Kato, O. Sakata, K. Sumitani, and H. Funakubo, *Appl. Phys. Lett.* 89, (2006) 082901.
- [2] M. Nakamura, H. Kato, N. Hoshi, K. Sumitani, and O. Sakata, *J. Phys. Chem. C*, 111 (2007) 977.

利用研究促進部門 構造物性Ⅱグループ

坂田 修身
田尻 寛男

4. ユーザー研究例の紹介：次世代燃料電池触媒のルテニウムの表面原子配列

白金やルテニウムなどの貴金属は高価であり、触媒の使用量を減らす必要がある。このため少量の触媒で機能を発現させる方法の一つとして、ナノ粒子を形成し表面積を増大させることが提案されている。しかし、触媒機能には粒子サイズ効果があり、粒子径が数ナノメートル以下になると、触媒機能が低下する問題が報告されている。この原因を解明するために、平滑なルテニウム単結晶表面に酸素を吸着させた触媒モデルのX線表面構造解析を行った。その結果、表面から6層（1.5ナノメートル）以上にわたりルテニウム原子が本来もつ周期配列から乱れていることを発見した^[2]。この乱れが粒子サイズ効果の一因であることが説明できた。多くの金属では分子や原子の吸着により、表面1、2層程度の構造変化

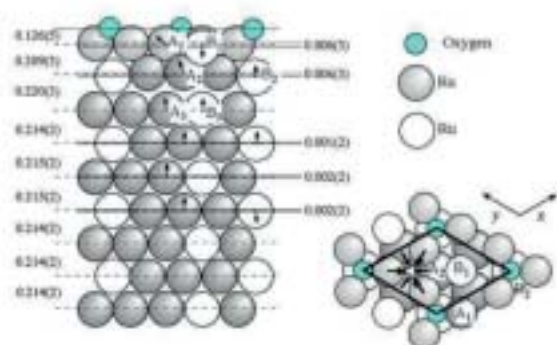


図3 原子配列モデル。原子は矢印方向に変位している。
数値の単位はnm