

## BL15XU

## 広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、独立行政法人、物質・材料研究機構の専用ビームラインとして放射光を使った材料の先端解析、また先端材料開発や新規物質開発支援を行うため、放射光を使ったさまざまな結晶構造並びに電子構造の分析を行っている。一本のビームラインで軟X線から硬X線までの広い範囲(0.5~60keV)の高輝度光の発生を、リポルバー切替方式のアンジュレーターで実現している。また二結晶分光器も広いエネルギー範囲をカバーするため計算結合方式のゴニオ制御を行い、Si (111) 二結晶分光器の1次光として2.2~19.8keVのエネルギー領域をカバーしている。

広いエネルギー範囲で高輝度の単色X線を自由に選んで利用できることは複数の分析手法を活用できるというだけでなく、ある特定の分析手法に限っても対象物質を広く選択することが可能である。つまり試料の構造の観点では、バルクからナノ構造材料までのさまざまな形態の試料が扱えることになる。また試料の構成元素の観点では、軽元素から重元素までのさまざまな吸収端励起を利用した分析も可能となる。

本ビームラインが参画している文部科学省ナノテクノロジー総合支援事業(2002B期より開始し2006年度が最終年度)においても、上記のビームラインの特徴は外部利用者によるナノ構造物質の物性解明に活かされてきた。

## 2. ビームラインの現状

- ・第2ハッチの実験装置への硬X線光電子分光装置の導入

JASRI、日本原子力研究開発機構、広島大学HiSORの協力の下、図1に示す硬X線光電子分光装置の導入を行った。従来、本ビームラインでは高エネルギー光電子分光装置としては、分光できる光電子の運動エネルギー値の上限が4.8keVであったが、上記の装置を導入することによってエネルギー



図1

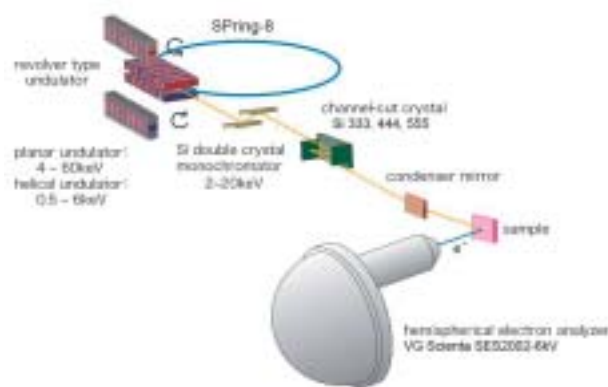


図2

の上限を6keVに上げることができた。これにより15~20nmにも及ぶ深部の埋もれた界面の電子構造解析が可能となった。この高エネルギー化に合わせて、高エネルギー分解能を実現するため、Si (333) のチャンネルカット結晶をビームラインに導入した。この時のX線光学系を図2に示す。二結晶分光器のSi (111) 結晶を経て後段のチャンネルカット結晶でさらに分光された光を、硬X線光電子分光装置の観察視野内に収めるため、1枚のベント・シリンドリカルミラーを使って試料上に集光している。このX線光学系を使って金のFermi端を実測した値として、60meVのエネルギー分解能を実現している。

## 3. 特殊な角度分解光電子分光の実験例

前節で述べたように、硬X線光電子分光装置によって試料のより深部の分析が可能となり、多くのナノ構造材料の光電子分光解析は新たに導入した装置を主に使うようになった。そこで、従来の4.8keV対応の光電子分光装置の方は、アナライザーと試料が大型真空チャンバー内で共に回転できるユニークな機能を持っていることから、特殊な角度分解測定装置として利用し、本稿ではその実例を以下に紹介する。

高エネルギー光電子分光において、角度分解測定による深さ方向のナノ断層解析が、基礎物性の解明に加えて実用デバイスの分析にも適用できることから非常に興味を持たれる。これらの角度分解測定では、多数の角度測定点で得た光電子強度データから試料の内部構造を推定するが、その推定作業の際に光電子発生時の角度分布(非対称パラメーターと呼ばれている)を正確に考慮する必要がある。しかしながら現実には、非対称パラメーターが光電子の実スペクトルに及ぼす影響に関しての十分な知見とそれを簡便に表現する一般式化がなされていないために、この非対称パラメーターを考慮せ

ずに断層解析を行ってしまう実験者がほとんどである。

そこで、非対称パラメーターの実スペクトルに及ぼす影響を詳しく調べるため、アナライザーを回転した特殊な角度分布測定を行ったので、その結果の例を図3に示す。これは、Niの1s準位 (binding energy 8.333keV) を8.48~11.3keVの範囲の異なるエネルギーの放射光で励起した時の、Ni1sの光電子強度の角度分布をプロットしたものである。図中の挿入図は装置の写真と、実験時の幾何学的配置を示す上面図である。X線のエネルギーを変えると共に、光電子の角度分布が変化し、今回のエネルギー範囲では最大10°程度のピーク位置のシフトがあった。この角度シフトの原因を調べるため、非対称パラメーターに加えて、試料内での電子の多重弾性散乱、光電子が試料から放出される際の屈折効果を考慮したモンテカルロ・シミュレーションによるデータ解析を行った。その結果、図3の角度シフトは、非対称パラメーターにおけるmultipole成分の寄与によることがわかった。通常、非対称パラメーターはdipole成分のみで考えられ、この時は図4の上図にあるように光電子はX線の電場ベクトルの方向をピークとして放出される。ところがmultipole成分が存在すると、図4の下図のように光電子はX線の電場ベクトルから傾いた方向にピークをもって放出される。この傾きがX線のエネルギーに依存して変化するので、図3のような角度シフトが生じるのである。希ガスをを用いた実験では非対称パラメーターにおけるmultipole成分の寄与が評価された例があるが、今回固体試料における光電子の実スペクトルで非対称パラメーター中のmultipole成分を評価した初めての結果となった。

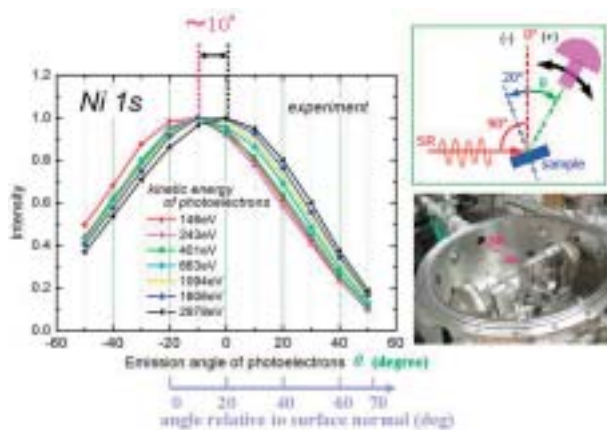


図3

#### 4. 謝辞

BL15XU/SPring-8での光電子分光装置の導入にご尽力いただいた広島大学HiSORの有田将司氏、島田賢也氏、生天目博文氏及び谷口雅樹氏、(独)日本原子力研究開発機構・放射光科学研究ユニットの竹田幸治氏及び齊藤裕児氏、(財)高輝度光科学研究センターの池永英司氏に感謝いたします。

独立行政法人 物質・材料研究機構

吉川 英樹、上田 茂典、山下 良之、

田中 雅彦、小林 啓介

スプリングエイトサービス

勝矢 良雄、野本 大介

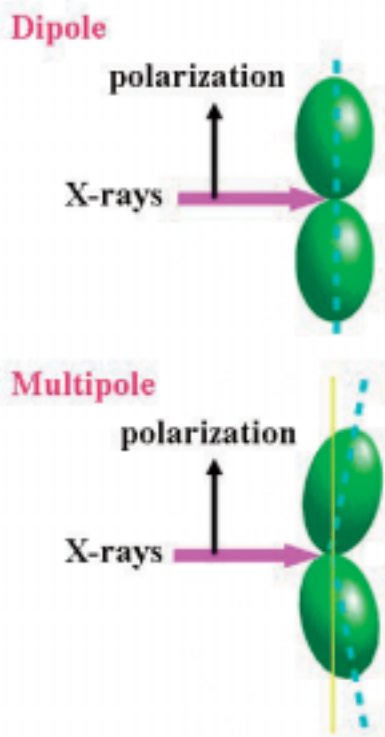


図4