

BL46XU 産業利用Ⅲ

1. 概要

2007年前期は前年に引き続き、R&Dビームラインとして運用し、実験ハッチに設置された多軸回折計を用いて、一般課題先端大型研究施設戦略活用プログラム課題が多く実施された。一般課題の学術利用分野課題では磁性分野の課題が主に行われた。一般課題の産業利用課題及び先端大型研究施設戦略活用プログラム課題の産業利用分野課題では、微小角入射X線散乱、X線反射率を用いた薄膜構造解析実験が大多数を占めたが、他にもin-situ時分割X線回折実験や応力測定等も行われた。

2007年後期は、回折・散乱及び高エネルギー光電子分光(HAX-PES)の実験に対応した産業利用Ⅲビームラインとして供用を開始するとともに、従来のハイブリッド型アンジュレーターから標準アンジュレーターへの交換、チャンネルカットモノクロメーターと水平方向ミラーの導入など光源の改造と、多軸回折装置の新規導入、HAX-PES装置と薄膜用回折装置(ATX-GSOR)の移設などの機器整備を行った。

光源改造は、夏期停止期間にアンジュレーターの交換、冬期停止期間に光学ハッチ内のチャンネルカットモノクロメーター及びX線ミラーチャンバーの設置、2007B期終了後の年度末停止期間でX線ミラーチャンバーへのミラー設置の順に行った。これに平行して行われた実験装置の更新のスケジュールとしては、夏期停止期間に既存の多軸回折計のBL19LXUへの移設及びBL13XUからのATX-GSORの移設、冬期停止期間に新規多軸回折計及びHAX-PES装置の導入が行われた。

9～12月のビームタイムはATX-GSORで薄膜構造解析分野のユーザーを対象とし、領域指定型の重点研究課題「重点産業利用課題」の共同利用実験を行った。ミラーがない状態ではあったが、1～2月のビームタイムでは光を用いた各装置の立ち上げ調整を行った。

以下に更新された光源、光学系及び各装置の概略を説明する。

2. 光源、光学ハッチ

図1に示したビームライン構成図に更新された光学ハッチ内のコンポーネントの配置を示す。光源が標準型真空封止アンジュレーターに変更されたことによって、これまで12～22keVまでしかカバーできなかったエネルギーレンジが、アンジュレーターの基本波と3次高調波を利用することによって6～35keVと広い範囲をカバーできるようになった。また、ハイパワーなハイブリッド型から標準

型に変わることによって、モノクロメーター(傾斜配置直接水冷型二結晶モノクロメーター：モノクロ結晶Si(111))の第1結晶の冷却水をシールするOリングの放射線ダメージが緩和され、以前は2週間ごとに行っていた交換作業が07B期中は不要であった。

光学ハッチ内の真空輸送チャンネルの最下流には新たに高調波除去用の2枚のX線ミラー(Rh蒸着ミラー：長さ70cm 横はね配置)が水平方向の湾曲機構付のミラーチャンパー内に横はね配置で設置された。これまで実験ハッチ内に空気中に設置されていたX線ミラーがこれに更新されたことにより、空気中を通るビームパスが短くなってビーム強度の減衰を抑制することが可能となったのと同時に、横方向の集光機能が備わることで大幅なビームフラックスの向上が実現できた。また、モノクロメーターとミラーの間にチャンネルカットモノクロメーター(Si 111結晶)が設置され、HAX-PES実験を行う際にはこれを用いてより単色度の高いビームを得ることができるようになった。

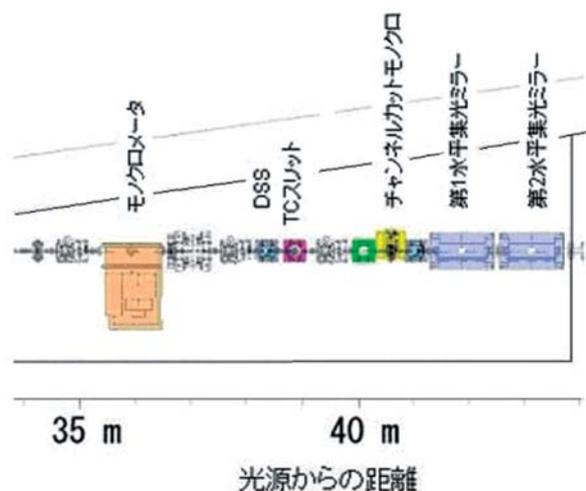


図1 BL46XUビームライン構成図

3. 実験ハッチ

図2に実験ハッチ内の標準的な実験装置の配置を示す。新たに導入された3つの実験装置のうち、多軸回折計が上流側、HAX-PES装置が下流側に設置されたレイアウトを標準としている。HAX-PES装置は可動式のレールの上に設置されており、これをもちいて同装置をリング側に退避して、ATX-GSORを設置することが可能となる(図5参照)。以下に各装置について説明する。

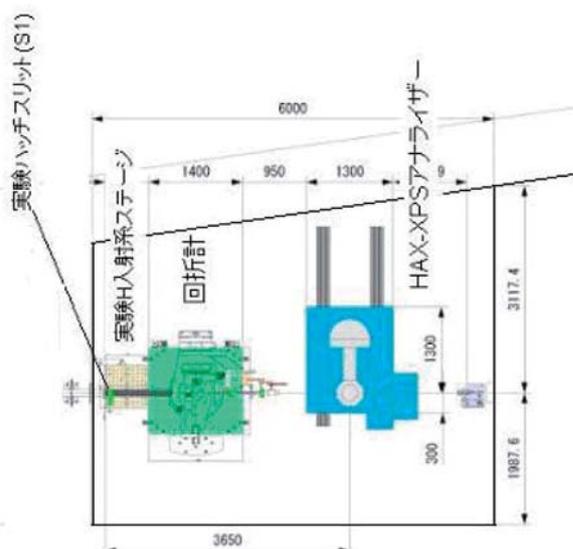


図2 実験ハッチ内構成図

3-1 多軸回折計

図3にBL46XUに新規導入したHUBER社製多軸回折計を示す。これは、主要4軸(x , φ , ω , 2θ)にさらに4軸($2\theta_z$, θ_z , ω_a , $2\theta_a$)を付加した計8軸構成で基本的には更新前の回折計と同じだが、仕様を変更した点として x クレドールをC型のものを採用したところが特徴である。これは測定時の死角を排除し、 -20° から 160° の広い散乱角にわたり測定範囲を確保するためである。これにより試料に対するX線の入射角や回折X線の検出角度の制御の自由度が必要となる薄膜に対する微小角入射X線回折実験や残留歪解析実験において使いやすい装置構成となった。

この装置は産業界ユーザーの多様なニーズに対応することを想定し、さまざまな実験に対応できる柔軟性を重視して整備を行った。たとえば、サンプルステージには自動XYZステージまたは自動スイベルステージを装備することにより、精度のよい試料位置調整を行うことができるだけでなく、X線照射位置のマッピング測定を可能とした。また、標準の検出器としてはNaIシンチレーションカウンターを採用しているが、2次元ピクセル検出器(PILATUS)やイメージングプレート(IP)など、設置可能なレイアウトとした。その結果、時分割X線回折測定など、多様な実験レイアウトへの対応の可能性を上げた。光学系には、入射側に1つ、受光側(検出器アーム上)に2つの自動4象限スリットを装備することで、遠隔操作による入射ビームサイズ及び受光側のコリメーションの調整を可能とし、さらに受光側にソーラススリット、アナライザ結晶を用意しこれらを装着可能とすることで、光学系選択の自由度をさらに高くした。また、高輝度光源を持つアンジュレータービームラインでの回折実験に対する産業利用分野でのニ

ーズとして機能性薄膜の構造解析が大きいことが予想されるため、これまでBL19B2やBL46XUで実績のある薄膜回折実験用の装備(空気散乱バックグラウンドノイズ低減用のカプトドームを用いたHeガス置換型サンプルチャンバー、X線反射率測定用のアッテネータ自動切換機構)も装備した。



図3 多軸回折計

3-2 硬X線光電子分光装置

硬X線(高エネルギー)光電子分光法(Hard X-ray Photoemission Spectroscopy: HAX-PES)は、“検出深さが深い”という特徴をもち、バルク敏感な電子状態を、非破壊で明確に観測できる実験手法である。上述の通り、本手法はBL47XUで共同利用に供せられており、すでに多数の産業利用ユーザーに利用されている。

従来の軟X線(低励起エネルギー)を用いた光電子分光法では固体内部における光電子の非弾性散乱の平均自由行程が短く検出深さが数nmと浅くなり、例えば SiO_2 の場合では1keVでの検出深さが約3nmとなって、得られる情報が試料の表面状態に強く依存するという特徴がある。そのため、物性に寄与しているバルクの電子状態を観測することが困難であった。これに対する対策として表面を削りながら深さ方向の情報を得る手段もあるが、削る過程で物性が変化する可能性があるというデメリットがあった。

これに対し、本装置はSPring-8の高輝度放射光を利用することによって硬X線領域(6keVもしくは8keV程度)の高い励起エネルギーを用いた光電子分光測定を実現しており、プローブ深さが表面~20nm程度と非常に深い為、非破壊での材料内部の電子状態を観測可能としている。

BL46XUのHAX-PES装置はVG-SCIENTA製のR-4000光電子エネルギー分析器を備えている。図4にその写真を示す。バルク敏感な測定だけでなく、試料表面に対する光電子検出角度を変える事でプローブ深さを制御する角度依存光電子分光実験が可能で、表面からバルクの電子状態の深さ分布を非破壊で調べることができるようになった。

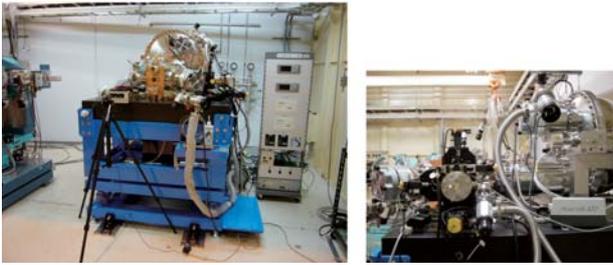


図4 硬X線光電子分光装置

3-3 薄膜構造評価X線回折計

この薄膜構造評価専用X線回折装置は実験室系装置として普及しているリガク製のATX-Gである。図5にその写真とHAX-PES装置を退避して実験ハッチ内に設置した際の配置図を示す。微小角入射X線回折実験による薄膜構造評価に特化した構成になっており、測定は試料表面に対してin-plane測定、out of plane測定が可能である。回折計の駆動軸として、試料周りは ω 軸、試料面鉛直軸周りの φ 軸、検出器アームは、 2θ 軸、 $2\theta_x$ 軸を備えている。試料ステージは試料を鉛直方向に設置するレイアウトになっており、最大100mmのウェハを保持可能である。試料位置調整軸として直交スイベル機能とxy移動機能を備えており、これと連

動した自動半割調整プログラムによる迅速なサンプルアライメントが可能である。また多軸回折計と同様にカプトンドームを用いたHeガス置換型サンプルホルダーを用意しており、試料周りの空気散乱によるバックグラウンドノイズ低減に対応している。受光側にはソーラースリット、差し込み交換式のダブルスリット、Si (220) アナライザーを準備しており、検出器はシンチレーションカウンターを用いている。この装置の最大の特徴は測定時にcontinuous-scanモードを使用可能である点で、これにより高速なスキャンスピードを実現しており、迅速な測定で多数の試料の測定を必要としている実験課題においての利用が効果的である。ハッチ内への設置・立ち上げはHAX-PES装置の回避も含めて1日を必要とする。

産業利用推進室 産業利用支援グループ

佐藤 真直、小金澤 智之

廣沢 一郎

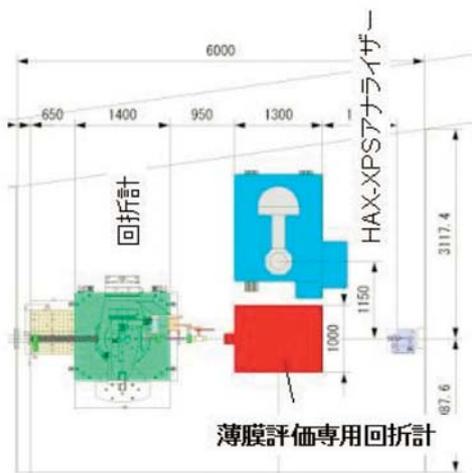


図5 薄膜構造評価専用X線回折計（上）とその実験ハッチ内配置図（下）