

## BL46XU 産業利用Ⅲ

### 概要

2008年度は前年度に実施された産業利用ビームラインとしての運用変更に伴う改造が完了し、新たなビームラインとして再スタートの年となった。2008A期の最初に前年度末に光学ハッチに設置された水平方向集光機構付X線ミラーのオンビーム調整を行い30keV以下での入射角及びbendingのパラメータを取得し、4月中旬より新規導入された多軸X線回折計、硬X線光電子分光（HAX-PES）装置、薄膜構造評価専用X線回折計（ATX-GSOR）の共同利用実験への供用を開始した。2008A、2008B期を通して実施した73課題の内訳は、多軸X線回折計40課題（成果専有7課題）、HAX-PES 20課題（成果専有2課題）、ATX-GSOR 14課題（成果専有5課題）、その他ユーザー持ち込み装置による実験2課題（成果専有1課題）と、これまで本ビームラインで実績がある多軸回折計を用いた課題が一番多く半数以上を占めた。HAX-PESの実施課題数は多軸回折計の半分程度であるものの、ユーザーの関心は高い模様で、12月に行ったHAX-PESの研修会では参加者の申し込みが殺到し、急遽年度末に行った2度目の研修会でも締め切り前に定員に達した。ATX-GSORは他の装置に比べて常設の装置ではないという事情もあって実施課題数は少ないが、取り扱いが容易で駆動速度が速く測定能率が高いため、有機エレクトロニクスの薄膜材料探索など限られたマシンタイムで多数の試料を測定する必要がある課題で利用ニーズが多かった。成果専有での利用率が比較的高いことも上記事情が反映されていると考えられる。また、BL46XUに設置されている複数の装置を利用した課題（多軸回折装置とHAX-PES、もしくはATX-GSORとHAX-PES）が3件あった。以下に各実験装置の利用技術開発状況について記載する。

### 1. 硬X線光電子分光（HAX-PES）

水平方向集光機構付X線ミラーによるフラックス増強の効果をHAX-PES装置において評価した。実験条件は入射X線のエネルギーは8keV、ミラー使用時のミラー角は4mradである。フロントエンドスリットの開口を500×500 $\mu\text{m}$ とした場合、ミラー集光によりHAX-PES装置のサンプル位置における水平方向のビームサイズを150 $\mu\text{m}$ まで集光することができた。この集光によるHAX-PESの信号検出効率に対する利得をAu 4fの光電子スペクトルをアナライザーズリット0.5mm、pass energy 200eVの条件で測定して評価した。図1は集光ミラー導入前後のAu 4fの測定データである。この図が示すようにミラー集光により信号強度が約

2倍となり、実験効率を向上させることができた。

2008年度のHAX-PES課題のうち約8割程度がX線照射による試料のチャージアップの懸念が少ないエレクトロニクス分野であった。そこで、HAX-PESの測定対象を広げるために有機物など電導性の悪くチャージアップしやすい試料にも対応するために中和銃を導入し、2008B期にはゴムを対象とした課題実験も対応できた。

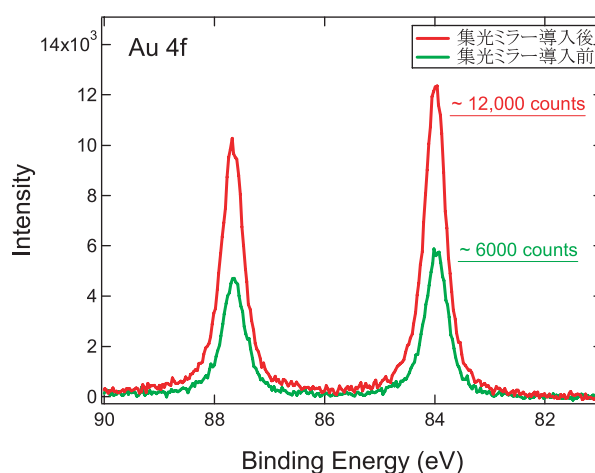


図1 集光ミラー使用前後のAu 4f スペクトルのHAX-PESデータの比較

### 2. 多軸回折計

アナライザー結晶を用いた高波数分解能の回折測定の供用を開始した。アナライザー結晶にはLiF (002)、Ge (111)、Si (111) の3種を用意し、必要な波数分解能、X線エネルギーに応じて使い分ける。10keVでの波数分解能はそれぞれ、0.070 $\text{nm}^{-1}$ 、0.010 $\text{nm}^{-1}$ 、0.004 $\text{nm}^{-1}$ である。図2はSi (111) アナライザーを用いて10keVで測定した粒径500nmの標準シリカ粒子からの小角散乱である。粒径より想定される約0.023 $\text{nm}^{-1}$ の振動が明瞭に観測され、Bonse-Hart Cameraとしての利用も可能であることを示している。

課題実験での利用例として、有機半導体材料であるペントセン薄膜の微小角入射X線回折について記す（中村、松原他、2008A1813）。有機薄膜を微小角入射X線回折で測定する場合は、通常波数分解能が0.02 $\text{nm}^{-1}$ のソーラスリットを用いている。しかし、製膜温度と結晶子サイズの相関を検討する本課題では、回折幅より結晶子サイズを精度よく導出するために高い波数分解能が必要であるため、

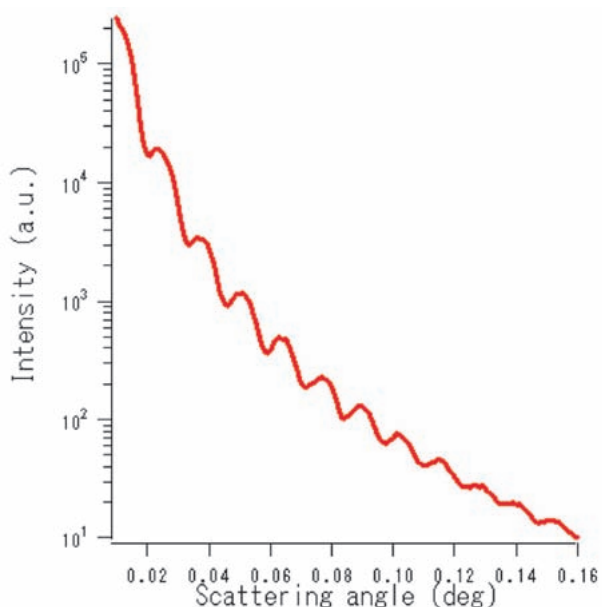


図2 Siアナライザーを用いて10keVで測定した粒径500nmのシリカ粒子の小角散乱

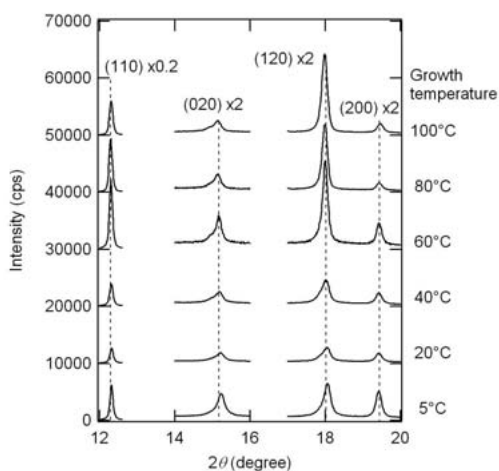


図3 ペンタセン薄膜の微小角入射X線回折の成長温度依存性

LiF (002) アナライザーを用いて測定した。図3は12.4keVで測定した製膜温度が異なるペンタセン薄膜からの回折profileである。この図が示すように製膜温度にかかわらず回折幅に大きな変化は見られず、導出された結晶子サイズは電気的測定より得られたバンドの空間的揺らぎの周期にほぼ等しい30nm程度となった。この結果は電子情報通信学会エレクトロニクスソサイエティ学生奨励賞、及び薄膜材料デバイス研究会第5回研究集会ベストペーパーアワードを受賞し、08年度に供用を開始したアナライザー結晶を用いた高波数分解能の微小角入射X線回折の効果を示すことになった。

### 3. 薄膜構造評価専用X線回折計 (ATX-GSOR)

この装置は有機薄膜材料評価に利用されることが多く、X線照射による試料損傷とバックグラウンド低減のため、多軸回折装置と同様に試料をHe雰囲気中に収納するカプトンドームを用いている。本年度、カプトンドームの取り付け方法を従来のマグネットによる固定から、Oリングを介してフランジをねじ締めする方法に変更した(図4)。この変更により気密性の不足に起因するバックグラウンドのドリフトが大幅に低減し、微弱な回折も容易に観測できるようになった。

産業利用推進室  
産業利用支援グループ  
佐藤 眞直、小金澤 智之  
廣沢 一郎



図4 取り付け方法を改良したATX-GSOR用カプトンドーム