BL13XU
表面・界面構造解析

1. はじめに

表面界面構造解析ビームライン（BL13XU）は、X線の回折・散乱現象を利用して試料表面層や埋もれた界面の構造を原子レベルで評価・解析できる、SPring-8標準アンジュレータを光源とする共用ビームラインである。結晶表面や界面の原子からの非常に微弱な回折・散乱信号を高精度で検出する必要があり、ここに角度発散が小さく高輝度、かつ大強度というアンジュレータ光の特性が生かされている。主力計測装置として第1実験ハッチに設置された多軸回折計、第3実験ハッチに設置された超高真空表面回折装置と局所構造観察のためのマイクロ回折装置がある。

本レポートでは、BL13XUユーザの利用研究の状況、装置の整備について報告する。

2. ユーザの利用研究状況

2-1　採択課題と実施シフト数

2010年度は49件の利用研究課題（２件の成果公開優先利用課題を含む）が採択された。課題の採択率は約44%と高い競争率で、例年同様、BL13XUの利用を望むユーザは多い。さらに、表面科学分野の新しい要望に常に応えるべく、SPring-8利用者懇談会の表界面・薄膜ナノ構造研究会や学会を通じて新規ユーザの開拓を続けている。2010年度は、研究課題に利用されたビームタイムの総実施シフト数435シフトの内、20%が新規ユーザに割り当てられた。

今後のユーザ支援、及びビームラインの高度化、開発に役立てるため、採択課題の内訳を検討、分析した。図1に分野毎の課題数と実施シフト数の内訳を示す。強誘電体薄膜及び固液界面（燃料電池・電気化学）の研究は2009年度に引き続き安定した割合で利用されている。金属錯体膜の研究は2009年度に比べ1.5倍ほど利用者が増えた。これらの研究、デバイス材料、及び一部の有機薄膜の研究は、明確な材料機能の開発を目指しており、そのために重要な原子レベルでの構造解析に取り組んでいる。最近３年間の各研究分野のシフト数割合の推移は、たとえば、表面（界面を含む）：25、21、28%、ナノ構造19、8、14%、有機薄膜：6、6、5%である。これら課題の多くは学術的な色彩が強い、いわゆる基礎研究である。このように、学術研究を定常的に支援しているのみならず、バランス良く産業応用的な研究も支援している。さらに、表界面・薄膜・ナノ構造の解析のための測定方法や装置の高度化も継続している。

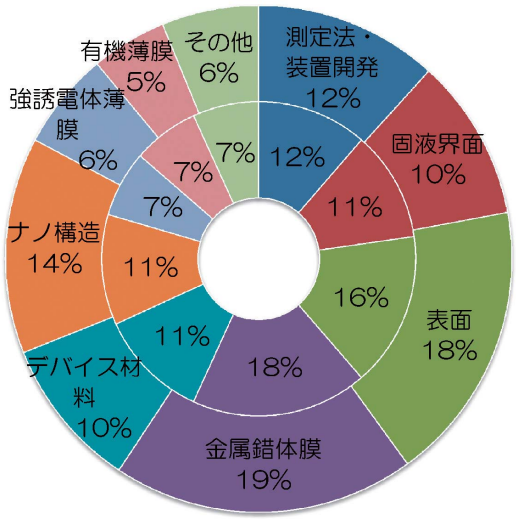

図1　分野毎の課題数（内円）と実施シフト数（外円）

2-2　得られた研究成果

2010年に発表されたBL13XUを利用した研究成果は、学術論文17報、解説記事１件、博士論文１件であった。図2に2006年から2010年までの期間で、BL13XUを利用して得られた研究成果として登録された論文の分野毎の推移をグラフで示す。ばらつきはあるものの、どの研究分野もある割合を保って推移している。

3. ビームラインの整備

3-1　超高真空表面回折装置へのX線プリズムレンズの導入II

表面回折測定は、構造解析を行うのに十分な精度の実験データを得るために１日から２日の実験時間を要する。その測定時間の大半は、データの統計精度を上げるべく十分

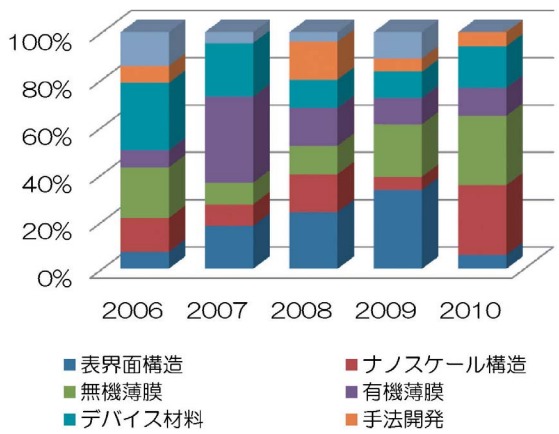

図2　分野別登録論文数の割合の推移

大きなX線計数を得るために費やされている。したがって、現状よりさらに入射強度を増すことにより測定の迅速化を図ることができる。そこで、アンジュレータ光源からの光を余すところなく活用するために、二次元X線集光プリズムレンズ（ドイツ国Karlsruhe Institute of Technology製、アパーチャサイズ1.5 mm、集光距離1.6 m）を導入することにより、通常の利用条件である0.1 mm角のビームサイズにおける入射強度の増大を図った。

プリズムレンズは、大アパーチャ、集光距離のデザインが容易、インライン設置のため光軸がずれない、コンパクトで低コストなど多くの利点がある。図3に実験結果と実験レイアウトを示す。エネルギー12.4 keVの1.5 mm角の入射ビームがプリズムレンズによって、0.1 mm角領域に集光されている（半値全幅で47（W）×52（H）μm^2）。0.1 mm領域での利得23が得られ、2×10^{11} 光子数/秒であったものが5×10^{12} 光子数/秒程度にまで強度が増大した。引き続き、本プリズムレンズを利用した表面回折の迅速測定による利用研究を支援していく。

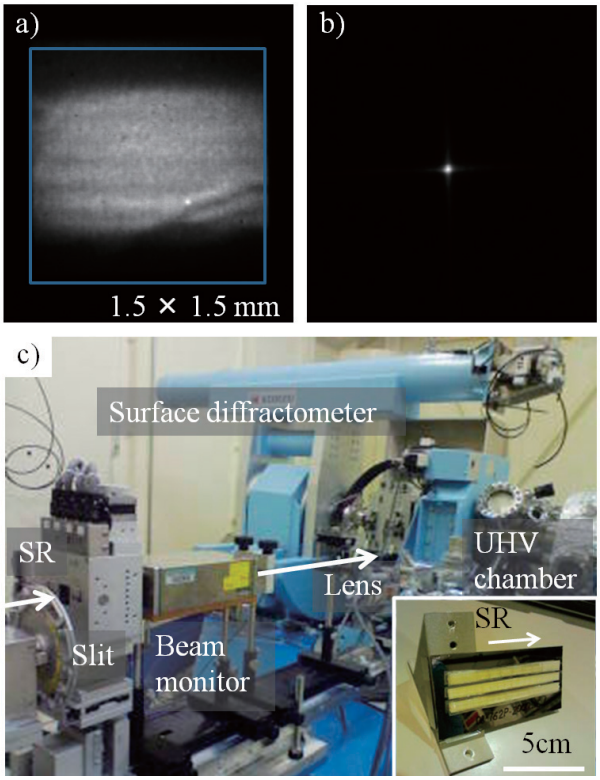

図3　X線CCDカメラで観察した（a）1.5 mm角の入射ビームと（b）プリズムレンズにより集光したビーム。（c）同レンズを用いた表面回折の実験レイアウト（挿入図はプリズムレンズ）。

3-2　高分解能マイクロX線回折装置

同装置は、BL13XUの第３実験ハッチ上流側に設置されており、半導体材料・デバイスの性能を評価するうえで重要なサブミクロン領域における格子歪と格子面の傾きを同時に、かつ高感度に計測することのできる装置である。現状でX線の最小ビームサイズは0.15（W）×0.25（H）μm^2であり、角度分解能は100 μradまで高めることが可能である。

2010年度には、2009年度までに導入していたX線CCD検出器を用いて必要な駆動軸を可能な限り減らすことで、デバイス評価では標準的手法である逆格子マップの測定が迅速に行えるようになった。X線CCD検出器は1ピクセルのサイズが9×9 μm^2で、視野が36（W）×24（H）mm^2である。図4に、従来の方法（a）とX線CCD検出器を使った方法（b）で測定した同じ試料（歪緩和SiGe（004）（基板Si））の計測結果を示す。測定時間はそれぞれ９時間（a）と１時間40分（b）である。（b）の方が短い時間で、分解能が高く、良いS/N比（高精度）で測定できていることが分かる。このような迅速化によって、現実的な測定時間内で試料上の多数の場所における逆格子マップ計測が可能になり、従来よりも詳細な試料情報が短いビームタイムで得られることとなる。

利用研究促進部門
構造物性Ⅱグループ
田尻　寛男
ナノテクノロジー利用研究推進グループ
今井　康彦

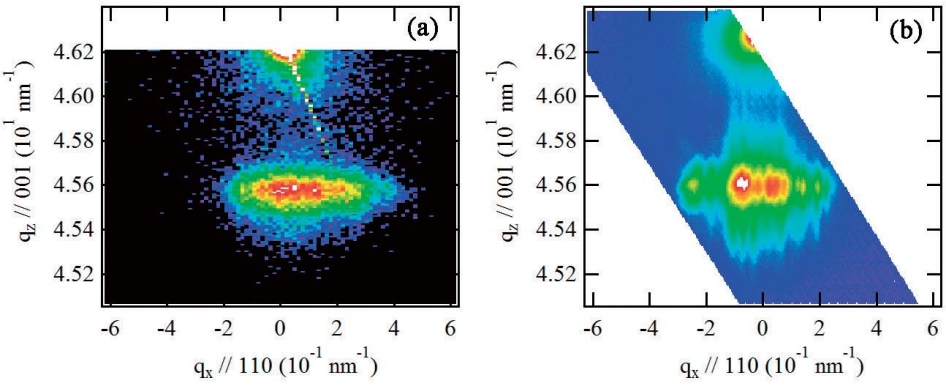

図4　Si基板上の歪緩和SiGe（004）の逆格子マップ。（a）受光スリットとシンチレーション検出器、（b）X線CCD検出器を用いて測定。測定に要した時間は（a）：９時間、（b）：１時間40分。