

BL47XU 光電子分光・マイクロCT

BL47XUは標準的なりニアアンジュレータを光源としたビームラインで、主として結像顕微鏡を用いたイメージング実験と、硬X線光電子分光実験に使用されている。2010年度に各々の実験において行われた高度化について述べる。

1. 結像顕微鏡/マイクロCTにおける照明光学系の問題点改善

1. BL47XUにおけるマイクロCTの概要

BL47XUでは、フレネルゾーンプレート (FZP) による200 nm程度のマイクロビームをプローブとして利用する走査型X線顕微鏡、 μ -回折/小角散乱、 μ -XAFSなどの実験と、X線マイクロCTの実験が実施されている。このマイクロCTは高分解能の用途に特化しており、要求される空間分解能が1 μ mよりも低い場合には投影型マイクロCT、それよりも高分解能の観察には結像顕微鏡CTが開発されている(表)。前者では、その場観的な測定(延伸/圧縮、加熱/冷却)の利用の試みもなされている。後者の場合、軽元素系の試料や、金属系の試料で観察対象が非常に微細なものに対しては、位相コントラスト法を用いることによって従来の吸収法よりも高いコントラストが得られる。結像型光学系に関してはこれまでの年報に詳細が記されている。

2. 結像型マイクロCTにおける照明光学系の問題点

上述の高分解能CT用結像光学系において、試料の照明用に用いられるコンデンサゾーンプレートが損傷するという問題が生じた。この素子は、対物レンズに相当する素子として用いているFZPと同様、基盤上に電子線リソグラフィによって作成されたタンタルのパターンでできている。放射線損傷の影響を軽減するために、基盤には(通常用いられるSiNよりも放射線照射で生じる歪みが小さい)SiCを用いており、素子はHe雰囲気中に設置されている。この

ような条件下において、FZPの場合は2005年にSiCを導入して以来現在まで、BL47XUにおける 10^{14} photons/s/mm²という大強度のX線照射に対しても破損はほぼ皆無である。一方、損傷したコンデンサは2008年に導入されたものであり明らかにFZPなど他の素子よりも寿命が短い。また、過去の損傷例では基盤からタンタルパターンが剥離する程度であったのに対し、今回のコンデンサの場合は、基盤ごと全て消失してしまっている(図1)。原因はいくつか考えられるが、その一つは、コンデンサを回転(1~2 Hz)させながら照射していることである。これは2009年から導入した方法で、これにより、結像特性が向上することが2009年度の年報においても報じられている。しかしながら、この照射方式による回転の振動が素子の耐放射線寿命を大幅に短縮させ、基盤に大きなダメージを蓄積させていたと考え

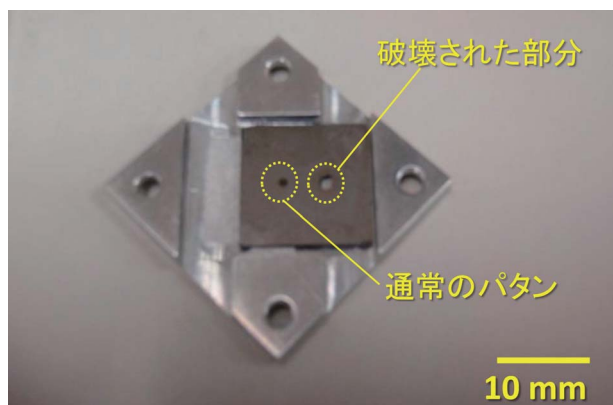


図1 X線照射によって損傷したコンデンサの写真。15 mm角のSi基盤の2カ所に1 mm角のSiC膜の窓があり、それぞれにコンデンサのパターン(直径1 mm)が描画されており、そのうちの一つをコンデンサとして利用している(もう一つはバックアップ用)。利用していた側のパターンがSiC膜ごと消失して、穴が開いているのが写真から確認できる。

表 BL47XUのマイクロCT装置比較

	投影型	結像型			
		倍率 × 13	× 35	× 70	× 140
エネルギー[keV]	5.2-37.7	6-12			
空間分解能 [μ m]	~1	0.8	0.4	0.2-0.3	0.1-0.2
試料の大きさ [μ m]	1000	500	100	50	30
測定時間 (分/1800投影)	30	10-30	30	30	60
その他	In-situ (延伸/圧縮、冷却)	位相コントラスト (デフォーカス、ゼルニケ、タルボ干渉計)			

られる。現在、より低振動の回転機構を開発中であり、より放射線損傷に強い素子の設計と併せて、この問題の解決を検討しているところである。

利用研究促進部門
 バイオ・ソフトマテリアルグループ
 竹内 晃久、鈴木 芳生
 上杉 健太郎、星野 真人

II. BL47XU 硬X線光電子分光

BL47XUの硬X線光電子分光 (Hard X-ray Photoemission Spectroscopy: HAXPES) 装置は、バルク感性を生かし、埋込まれた界面における化学結合状態の非破壊観測を目的とした実験ステーションである。2010年度も本特徴を十分に活かしたユーザー利用が活発に行われ、円滑に支援が行われた。特に産業利用におけるHAXPESは2008年度からBL46XUでもユーザー利用展開されるに至り、新規ユーザーの増大など大きな広がりを見せている。また測定技術開発として2009年度に引き続き12条課題として広角対物レンズの改良を進め、十分な性能を得られたので2011年度からユーザー利用に展開する予定である。本報告では、実施した測定技術開発について示す。

1. 広角対物レンズ開発の概要

空間分解能1 μm の集光X線を利用した微小領域計測及び更なるハイスループット、角度分散情報の総取得を可能にする硬X線光電子分光法の測定技術開発を行っている。

また利用展開を広げるだけでなく、開発装置を利用した角度分解型光電子計測を通じ、新たな現象を探索することを目的としている。

カークパトリック・バエズ (Kirkpatrick-Baez: K-B) 配置型集光ミラーを用いた集光X線を利用した研究ではデバイス上に作製された微細パターン (反応する電極、基板を井戸化することにより高集積化を図るSi-LSI多層薄膜等)の走査計測法を2009年度までに開発した (2009年度年報参照)。また角度分解型光電子測定を利用した研究では、光電子の脱出角依存を利用した深さ方向計測を一度に行う広い捕集立体角を持った広角対物レンズ装置の開発を行っている。開発した広角対物レンズとK-B集光X線技術を組み合わせ、試料を2次元走査する事により微細パターンをもつ試料の測定角度を変えずに分析し、深さ方向の化学状態分布を取り込んだ3次元化学結合状態マッピングが可能となる^[1]。図2に広角対物レンズとK-Bミラーを総合的に組み合わせ、評価実験を行った際の全体写真と概要図を示す。

1-1. 広角対物レンズの開発

広角対物レンズの開発では既設の光電子分光アナライザー (VG SCIENTA社製 R-4000、捕集立体角 $\pm 7^\circ$) の前段部に 60° 以上の広い捕集立体角を持った広角対物レンズを設置し、更なるハイスループット化を実現するとともにアナライザーを回転させることなく角度分散の情報を取得する。広角対物レンズの特徴は、捕集立体角 $\pm 35^\circ$ でWorking Distance (WD) が10 mmと非常に小さい点にある。また回転楕円形状メッシュを採用し、多段球面メッシ

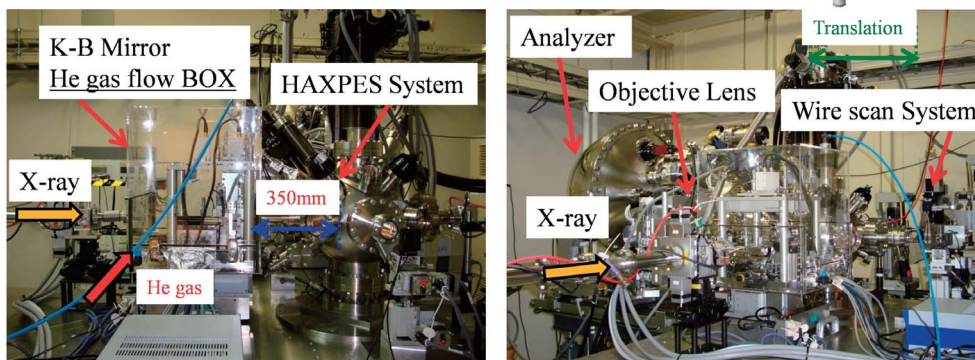
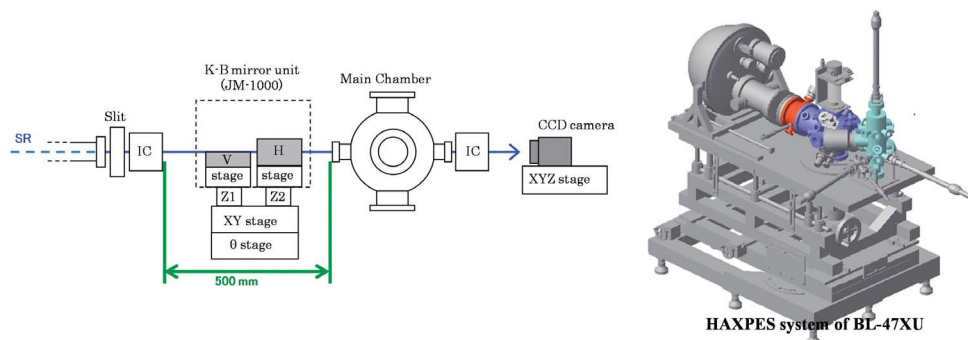


図2 広角対物レンズとK-Bミラーを総合的に組み合わせたハッチ内全体写真と概要図

Wide Acceptance Angle Objective Lens

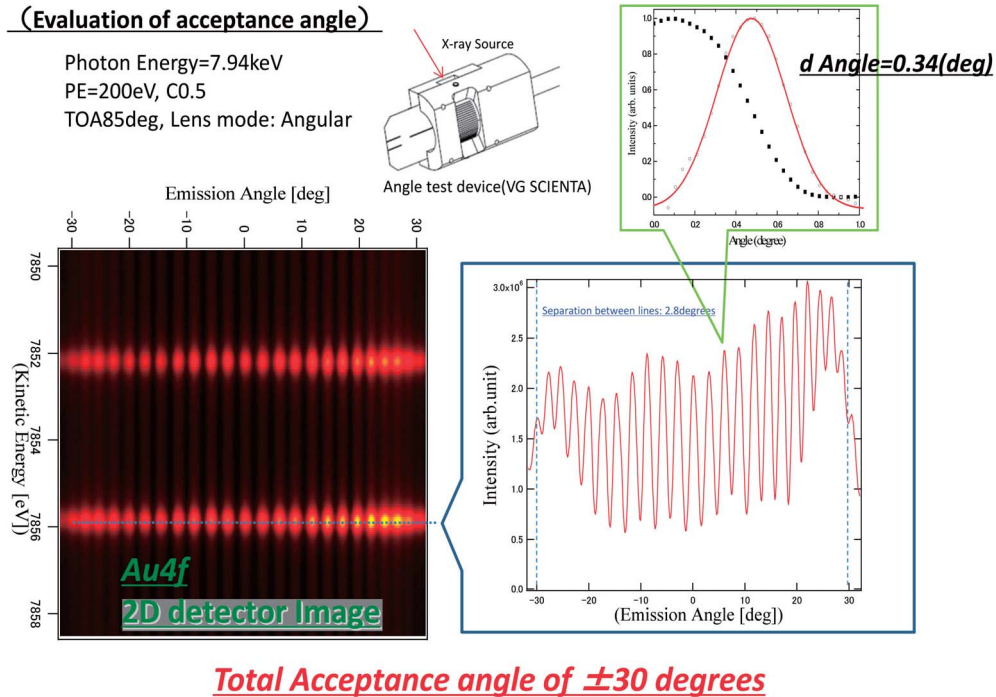


図3 角度分散の評価結果。角度分散評価スリットを通した2D detector image図

をういた場合に発生する透過光電子の捕集強度の減少を抑えている点の特徴として挙げられる^[2]。この回転楕円形状メッシュの形状誤差・変化及びWDが球面収差に大きく影響することが分かり、球面収差に起因するエネルギー分解能の劣化を小さくする調整を行った結果、従来よりも光電子捕集強度が30倍程度向上したことを確認した。図3に角度分散を評価した結果を示す。放出電子角度に対して強度差があるが、運動エネルギーに大きな変動がないことが分かる。これは回転楕円形状メッシュの形状誤差・変化に起因する球面収差が極めて小さいことを示している。2009年度まではこの収差が大きく、エネルギー分解能の劣化を生じていたが、2010年度の改良により大幅にエネルギー分解能の向上に成功した。またこの結果から、 $\pm 30^\circ$ の総捕集立体角が実現していることを確認し、角度分解能を 0.34° と評価した。この評価結果は、脱出角依存性から深さ方向の化学状態分布を知る上で重要な情報である。加えて一度に多量の角度分散情報を取り込めることから、データ解析が複雑となることが問題である。これを解消し、測定最中にも解析を行えるように深さ分析の自動システム構築を行っている。この広角対物レンズは2011年度からユーザー利用に展開する予定である。

[2] H. Matsuda et al.: Physical Review **E 71** (2005) 066503.

利用研究促進部門
応用分光物性グループ 材料電子状態解析チーム
池永 英司

参考文献

[1] K. Kobayashi et al.: Nuclear Instrument and Methods in Physics Research **A 601** (2009) 32-47.