BL13XU 表面・界面構造解析

1. 概要

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、固体表面や埋もれた界面の構造、 そこに生成する低次元物質・ナノ物質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。主軸計測装置として第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。このような表面界面・薄膜ナノ物 質においては、関心領域のボリュームが圧倒的に少なく、 回折・散乱信号が非常に微弱であるため(反射率にして 10-8から10-11程度) そのほとんどの研究が、高輝度放射光 の先端的利用によって初めて可能となったものである。第 三世代放射光である SPring-8において、当該分野では、 専ら輝度の観点からの放射光利用に重点が置かれ、今後も しばらくはその方向で研究開発が進められていくと思われ る。一方で、SPring-8次期計画^[1]では、コヒーレント光 やナノ集光ビーム、フェムト・ピコ秒ビーム等多彩なビー ムが高輝度で利用できる光源・光学系が検討されている。 したがって、輝度不足の問題が解消された状態で、これら 諸ビーム性能を利用した表面構造物性研究が、近い将来可 能となることが期待できる。

そこで、利用ビームのさらなる大強度化を目指し、上記

ビーム性能を限定的ながらも利活用した先端研究を現状光 源で支援するための装置整備・高度化を進めている。先ず は分光器等光学機器の安定化といった基盤装置の整備・高 度化が重要であり、2011年度はこれを行った。順次、表 面回折に適した高フラックス分光結晶としてのSi(111) 非対称分光結晶^[2]の導入や、2次元集光システム(集光 レンズあるいは集光ミラー)への移行による、利用ビーム の大強度化を実現する。

2011年度は46件の利用研究課題(4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2011A 期、2011B期それぞれについて、37.8%(全BL平均67.0%)、 41.7%(同49.1%)であった。2011年に発行されたBL13XU を利用した研究成果は、学術論文18報、解説記事1件で あった。次項以降に2011年度に行われた装置整備・開発 について、詳細を示す。

2. 光学系の整備・安定化

山崎ら^[3,4]により、X線ビーム強度に影響を与える不 安定性が、放射光照射・モーターの発熱・冷却による駆動 機構の温度変化と、冷媒の循環・真空排気ポンプ等の運転 に伴う機械的振動を原因としていることが突き止められ、 2011年度夏期停止期間に液体窒素冷却シリコン二結晶分 光器について、安定化対策が施された(図1(a)参照)。



図1 (a) 安定化対策を施された BL13XUの液体窒素冷却シリコンニ結晶分光器。(b) 改善前のビームプ ロファイル。X線エネルギー8 keV、フロントエンドスリットサイズ v0.3 × h0.3 mm、浜松ホト ニクス社 C4742-95 で撮影。(c) 改善後のビームプロファイル、同条件。

主な対策として、高精度温調システムや水冷輻射シールド の導入等による駆動機構の温度変化の抑制、液体窒素循環 に伴う振動の低減、真空排気ポンプからの振動の遮断があ る。その結果、従来の液体窒素冷却分光器に比べ、強度変 動を約1/5に低減し(角度にして0.1 arcsec以下)、既に同 じく山崎らによって他BLで導入済みの水冷型^[3]と同程 度の高安定性が実現された。

さらに、老朽化したIHI社製ミラー駆動機構がトヤマ社 製のものに更新され、同機構の操作性・安定性が向上した。 アンジュレータ光源から実験装置に至るまでのビーム輸送 チャンネルに配置されたコンポーネントを改善した。グラ ファイトフィルタは取り除き、ベリリウムX線窓は研磨精 度の高いもの(表面粗さRa 0.1 µm以下、Brush Wellman 社製)と交換することで、ビームの空間プロファイルが改 善された(図1(b)、1(c)参照)。



図2 (a)高分解能マイクロX線回折装置で得られた縦方向のビ ームサイズ(半値幅0.11 µm)。ナイフエッジ法によって 測定。黒丸:透過強度、赤の三角:透過強度の差分、赤 の実線:ローレンツ関数によるフィット(b)ゾーンプレ ート用ヘリウムガスチャンバの写真。チューブを通して ヘリウムガスを流す。

3. 高分解能マイクロX線回折装置の整備

同装置では、半導体材料・デバイス中のサブミクロン領 域における格子歪と格子面の傾きを分離し、且つ、高い分 解能で測定することができる。

2011年度は、集光素子としてゾーンプレート(ZP)を 用い、X線の縦方向のサイズを0.11 μ mにまで小さくする ことに成功した。図2(a) にビームサイズをナイフエッジ 法によって測定した結果を示す。また、放射光照射による ZPの損傷を抑制するため、ヘリウムガス雰囲気で使用す るためのアクリル製チャンバを製作した。図2(b) にその 写真を示す。X線用の窓材は、ポリイミドアミドフィルム である。さらに、センタービームストップ(CBS)として、 ϕ 45 μ m厚さ62 μ mの円柱状の金を導入した。CBSは、 ビーム集光に寄与せずにZPを透過してくるX線を止める 役割がある。従来は、厚さが30 μ mであったが、62 μ mと 厚くなったことで、バックグラウンドをより効果的に低減 できる。

- [1] RIKEN and JASRI 2012 SPring-8 Upgrade Plan Preliminary Report.
- [2] K. Kohra et al.: Nucl. Instrum. Meth., **152** (1978) 161.
- [3] H. Yamazaki et al.: AIP Conf. Proc., **1234** (2010) 785.
- [4] H. Yamazaki et al.: AIP Conf. Proc., (2012) submitted.

利用研究促進部門 構造物性 I 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