## BL47XU 光電子分光・マイクロCT

BL47XUは標準的なリ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高分解能イ 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。2011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。

I. X線導波管をコンデンサー光学系とする結像X線顕微鏡

Fresnel Zone Plate (FZP) を対物レンズとする硬X線 結像顕微鏡は、100 nm以下の高分解能が容易に得られる だけでなく、コマ収差や球面収差が十分に小さく広い視野 が確保できるだけでなく、視野歪みも無視できるためマイ クロCTに適したX線結像顕微鏡光学系である。しかしな がら、一般に結像顕微鏡の結像特性は対物レンズの性能だ けでなく、照明光学系に依存する部分が大きい。FZPは 回折型の光学素子であるため、ゼロ次光等の不要な次数の 回折光との重なりを避けるために適切な照明光学系や空間 フィルターが必要である。顕微鏡の照明光学系として最も よく使われているのは臨界照明と呼ばれる手法であり、光 源の像を対物レンズと同程度の数値開口(Numerical Aperture: NA) を持つ結像レンズによって物面に結像す る方法である。しかしながら、低エミッタンスシンクロト ロン放射光のようなエミッタンスの小さい光源に対しては 臨界照明では視野が極端に狭くなるので適切とは言えな い。現在知られているもののなかでアンジュレータ光源と FZP対物レンズに最も適した照明光学系はHollow cone型 のケーラー照明であり、その最初の結果は2枚組みの回転 ミラー光学系を用いてBESSYの軟X線顕微鏡ステーショ ンで実現されている<sup>[1]</sup>。しかしながら、回転ミラー光学

系は調整の難しさを考えると、BL47XUのような非専用ビ ームラインでは実用上問題が大きい。そこで、BL47XUの 結像顕微鏡では等間隔回折格子を組み合わせたsector condenser zone plateと呼ばれる集光光学素子を開発し、 X線結像顕微鏡の照明光学系に用いている<sup>[24]</sup>。この光学 系は結像特性や視野の均一性に関しては優れているが、 FZPと同様な回折型の光学素子であるため効率が低いと いう問題があった。特に最外線幅50 nmの対物 FZPと組 み合わせて用いられている周期長200 nmの透過型回折格 子の場合、ゾーン材料であるタンタルの膜厚が1 µm 程度 に制限されるために8 keVでの回折効率は15%程度でし かない。X線結像顕微鏡をCTに応用する場合を考えると 露光時間の短縮も非常に重要である。このために、物質・ 材料研究機構 (NIMS) ならびに (株) 堀場製作所との共 同研究で、全反射ミラー光学系を用いたHollow cone 型の 照明光学系の開発を試みた。

本研究で試験した光学素子はX線ガイドチューブ(X-ray Guide Tube: XGT)と呼ばれる光学素子であり、図1に示す ようなガラス管の内面での全反射を利用するX線集光光学 系である<sup>[5,6]</sup>。本実験に用いたXGTは円錐形状であり、内 面での1回反射の光学系になっている。1回反射の全反射 光学系であるため、理論上はほぼ100%に近い反射率にな る。図2にそのXGTの詳細形状を示すが、長さ約210 mm、 入り口が0.79 mm、出口が0.59 mm直径のテーパー型の円 錐形状になっている。XGTの製作は(株)堀場製作所で行 われた。素材はパイレックスガラスであり、電気炉内で数 値制御の延伸装置によりガラス管を引き延ばす手法で加工 されている。図1に示すように、このXGTとセンタービ



図1 XGTコンデンサー照明光学系による hollow cone ケーラー照明と FZP 対物レンズを組み 合わせた X 線結像顕微鏡光学系の概念図。



図2 本実験に用いた XGT の詳細寸法。

ームストップ (0.5 mm 直径の鉛球)、試料直前のダイヤフ ラム (直径50  $\mu$ m) を組み合わせることによって、hollow cone 型のケーラー照明光学系が構成される。対物レンズ は最外線幅50 nmのFZPである。XGTによるビームの収 斂角は約1 mrad (半角) であり、6 keVのエネルギーに 対するFZPのNA (= 2.07 × 10<sup>-3</sup>) の約1/2となっており、 この場合もっとも広い視野が得られ、照明系として最適化 される条件になる。

図3にテストパターンを用いた測定結果を示す。X線エ ネルギーは6 keVである。テストパターン内周の周期構造 は50 nmのライン/スペースであり、ほぼ理論通りの空間 分解能が得られている。XGTを用いない場合の平行照明 の結果と比較すると、XGTによって効率が約20倍改善さ れていることが実験的に確かめられた。視野の均一性は完 全ではないが、強度むらは50%程度に収まっており、実 用上差し支えない程度である。

## 参考文献

- [1] B. Niemann, et al.: AIP Conf. Proc., **507** (2000) 440.
- [2] A. Takeuchi, K. Uesugi, and Y. Suzuki: J. Phys. Conf. Ser., 186 (2009) 012020.
- [3] A. Takeuchi, Y. Suzuki, and K. Uesugi: AIP Conf. Proc.,



図3 テストパターンを用いたX線結像顕微鏡実験結果
X線エネルギー:6keV、
露光時間:5秒。
テストパターン最内周のもっとも細かい構造は50 nm幅
のライン/スペース。

**1365** (2011) 301.

- [4] Y. Suzuki, A. Takeuchi, K. Uesugi, and M. Hoshino: AIP Conf. Proc., **1365** (2011) 160.
- [5] H. Nakazawa: J. Appl. Cryst. **16** (1983) 239.
- [6] H. Nozaki and H. Nakazawa: J. Appl. Cryst., **19** (1986) 453.

利用研究促進部門

バイオ・ソフトマテリアルグループ 上杉 健太朗、星野 真人 竹内 晃久、鈴木 芳生

## II. 硬X線光電子分光におけるダイヤモンド移相子の導入 とその評価

BL47XUの硬X線光電子分光(Hard X-ray Photoemission Spectroscopy: HAXPES)は、バルク敏感性を生かし、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 した利用研究に供されている。近年は、広角対物レンズを 用いた角度分解深さ分析法やマイクロビームを用いた微小 領域電子状態のイメージング計測技術が開発され、共用利 用が展開されている<sup>[1]</sup>。また2011年度には、新たにX線 (8 keV)用の厚さ0.6 mmのダイヤモンド移相子の導入が 完了し、これまで半導体等の非磁性材料を中心に行われて きたHAXPESの利用研究が、円偏光X線を用いた磁性材 料の共用利用研究に発展された。本稿では、ダイヤモンド 移相子の導入と磁気円二色性HAXPES(MCD-HAXPES) 計測について示す。

ドイツ-日本戦略国際科学技術協力推進事業(DFG-JST) による研究課題「室温で動作するスピントロニクスナノデ バイスの設計」(研究代表者:猪俣浩一郎教授(NIMS)及 びClaudia Felser教授(Max Planck Institute))の一環と して、BL47XUで長期課題(2008年後期から2011年前期ま で)が採択され、透過型ダイヤモンド移相子の導入・整備が 行われた。図1に厚さ0.6 mmの移相子を220 Laue 配置で



図1 厚さ0.6 mmの移相子を220 Laue 配置で用いた場合の、 移相子オフセット角の変化に対する水平偏向度の変化の 様子



図2 Fe 2p 内殻光電子スペクトルの MCD-HAXPES 測定例

用いた場合の、移相子オフセット角に対する水平偏向度 $P_L$ の変化を示す。円偏向 ( $P_L = 0$ )や直線偏光 ( $P_L$ 最小値)を満たすオフセット角をそれぞれ読み取ることができる。偏向度の大きさは計算から95%以上の高い円偏向度が得られることが分かっている<sup>[2]</sup>。また8 keVにおける X線透過率は、当移相子を用いない場合と比較して50%の減少であった。

図2にトンネル磁気抵抗素子のMCD-HAXPES測定例を 示す。10 nmもの厚みがあるIrMn層(反強磁性)の下部 に存在するホイスラー合金 $Co_2FeAI$ (強磁性)に対する Fe 2p内殻測定から、強磁性層が反強磁性層にピン止めさ れた磁化を持つことを明らかにした<sup>[3]</sup>。これは、従来の 検出深さの浅い光電子分光では観測できない成果である。 また、特に $2p_{3/2}$ の領域において、明確な多重項構造を示 していることがわかる。これは、磁性研究で従来用いられ てきた軟X線吸収分光の磁気円二色性では確認できなかっ た構造である。この結果から、 $Co_2FeAI$ のFeが持つ大き な磁気モーメント(2.8  $\mu_B$ )が、Fe 3d軌道の局在性に起 因することが分かった。今後、磁気円二色性MCD-HAXPESの手法は、磁性多層膜研究の強力なツールにな ると期待される。

## 参考文献

- [1] SPring-8年報, 2010年度版, pp98-99.
- [2] M. Suzuki, et al.: Jpn. J. Appl. Phys., **37** (1998) L1488.
- [3] X. Kozina, et al.: Phys. Rev. B, **84** (2011) 054449.

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