

BL15XU 広エネルギー帯域先端材料解析

1. 概要

本ビームラインは、独立行政法人物質・材料研究機構の専用ビームラインであり、同機構における新規機能物質・材料を開発するため、高輝度放射光を用い原子配列構造並びに電子構造を解析している。2011年度も滞りなくSPring-8を利用した研究を進めたり、関連する研究を支援したりした。本年報は、ビームタイムの利用や装置の整備の状況等を報告する。

2. ビームタイムの利用状況

2011年度には69件の利用研究課題が実施された。光電子分光法（XPS）を用いた電子構造に関する研究と回折法（XRD）を用いた原子配列構造に関する研究をその実施シフト数を基に大別すると（図1）、約70 %がXPSを用いた課題であった（XPS：278.25、XRD：112.5シフト）。また図中の件数はそれぞれの課題数を示している。2011年度の総応募数83件に対し採択課題数は71件（蓄積リングの不調によりX線を利用できなかったため、うち2件の課題は実施できなかった）であり、課題の採択率は約86 %であった（競争率が高くなった）。2010年度に比して8ポイント採択率が低下している。実施シフト数を研究の目的や材料別に分類したものが図2である。調整は、XRDとXPSの切り替え時などに要した時間である。調整および方法・装置開発に約36 %を利用しているが、これは前年比13ポイント低下している（材料研究に割り当てられる

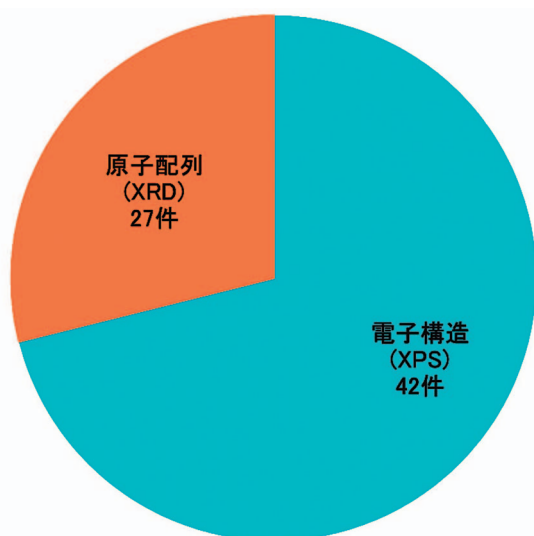


図1 手法別の実施シフトの割合。

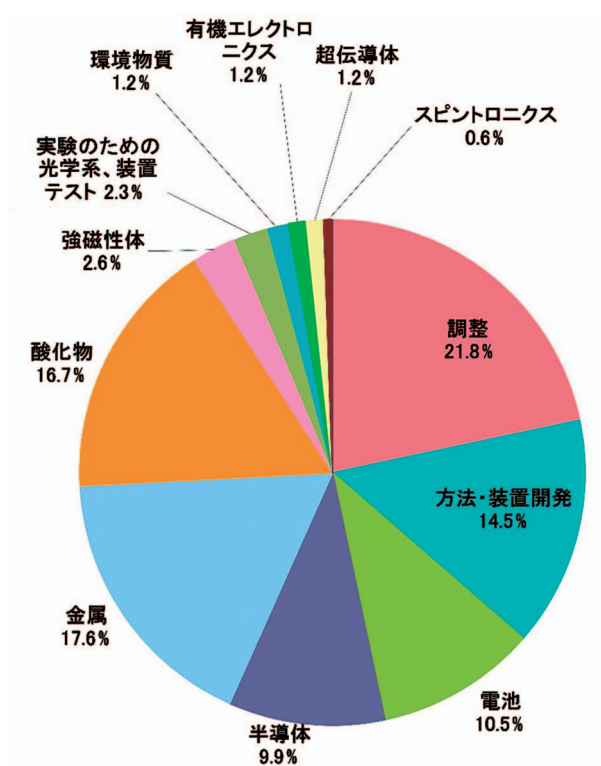


図2 実施内容によるシフト数の内訳。

時間が増えて良かったと判断している)。有機以外の広い分野に関わる種々の材料開発・実用化を目指した研究に使用するビームタイムを増加させている。文科省先端研究施設共用イノベーション創出事業ナノテクノロジーネットワークプログラム（通称：ナノネット事業）に関して支援した課題は10課題（加えて自主事業課題1件）であった。

3. ビームラインの整備

NIMS内およびナノテクノロジー技術開発でこれまで整備できていなかった分野に機能性薄膜の構造解析や評価がある。BL15XUビームラインでは、(公財)ひょうご科学技術協会と共同研究を実施しておりその一環として、第1実験ハッチ内に兵庫県ビームライン所有の8軸薄膜構造解析用の回折計（神津精機社NZD-2）を設置し整備した。

2011年度においては、データ収集のための計測装置、ソフトウェアを整備し、実際に参照試料を用いた立ち上げ実験を行い、薄膜回折計が結晶性機能薄膜の構造解析用として正常に動作することを確認した。また今後に取り組むべき改善点などの課題も明確にすることができた。

3-1 Out-of-plane 配置

試料薄膜の深さ方向の情報を引き出すのに用いられる out-of-plane 配置で測定できるよう整備した。バックグラウンドを低減できたので、もっとも薄い場合 1 単位胞相当の厚みの試料からも測定結果を得られた。種々の厚さの二酸化チタン薄膜試料を対象にして θ - 2θ スキャンを行った。格子面からのピークを観測することができ、二酸化チタン薄膜試料の膜厚方向の格子長を評価することができた。また、この格子面からのピークの周囲に膜厚に由来する 2 次までのサテライトピークを含むラウエ振動を観測することができた。

3-2 In-plane 配置

試料の面内の構造情報を引き出せる in-plane 配置で測定ができることも確認した。シリコンウエハ上のポリプロピレン膜に対して、入射角 0.13° で回折強度測定を行った。角度分解能を維持するためのソーラースリットが未整備なため、代わりに受光側の 4 象限スリットを用いた。高角側でサンプルよりも上流側に由来するバックグラウンド散乱が見られたものの、ポリプロピレン膜からの複数のブラッグ回折を観測することができた。高角側でのバックグラウンド散乱の除去やソーラースリットの装備といった改善を予定している。

3-3 Crystal Truncation Rod (CTR) 測定

試料表面近傍層の 3 次元構造の定量的な解析のために用いる CTR 測定に関して、サファイア単結晶を用いた。CTR 測定では、表面の極近傍層すなわち基板表面法線方向の逆格子 L の小さい値を測定する場合には、入射 X 線、出射 X 線ともに試料基板に対して全反射臨界角程度の同じ角度にする幾何学的な配置である $\alpha = \beta$ モードを用いる (α は入射角、 β は出射角)。一方、 L のより大きい値を調べるには、出射 X 線の取り出し角度を大きくした非対称な幾何学配置を用いる (α 固定、 $\beta > \alpha$ モード)。従って CTR 測定において定量的なデータ収集を行うためには、測定モードの切り替えのところで、これら 2 つのモード双方での回折強度が一致することが要求される。そこで、サファイア (0001) 単結晶の逆格子 $11-202$ において、試料をその表面法線周りに回転し、同一の L に対してそれぞれのモードでの回折強度曲線を記録し、その積分強度を比較したところ、ローレンツ因子補正後の両者の間の強度差は 2.7 % であった。この回折強度の差は、通常の測定の誤差が数パーセントであることを考慮すれば許容範囲であると判断した。

ともに共同研究の基盤プロジェクトとして 8 軸薄膜構造解析を立ち上げた。お礼申し上げる。

(独) 物質・材料研究機構

田中 雅彦、勝矢 良雄、坂田 修身

4. 謝辞

(公財) ひょうご科学技術協会の松井純爾博士、横山和司博士、スプリングエイトサービス(株)の竹田晋吾博士と