

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、弊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電子構造並びに原子配列構造を解析している。2012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を報告する。

2. ビームタイムの利用状況

2012年度には合計70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65%がXPSを用いた課題であった（XPS：265.5、XRD：143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。2012年度の総応募数74件に対し採択課題数は70件であり、課題の採択率は約95%であった。2011年度に比して9ポイント採択率は上昇している。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、XPSとXRDの切り替え時に要した時間がほとんどである。調整および方法・装置開発に約33%を利用しているが、これは2011年度の約39%と比べ若干減少している。2012年度からは文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業が開始され、本ビームラインは本事業の13課題に対し支援した。

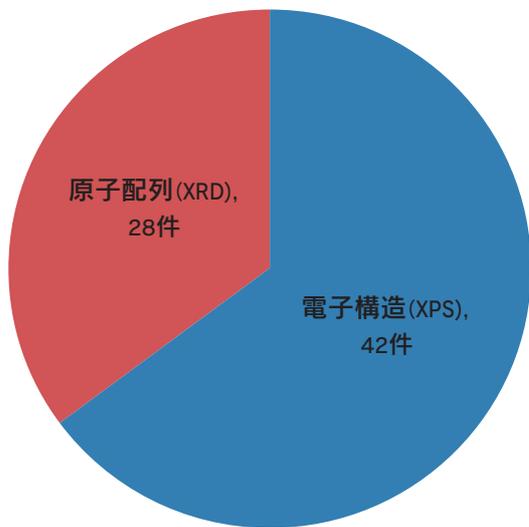


図1 手法別の実施シフトの割合

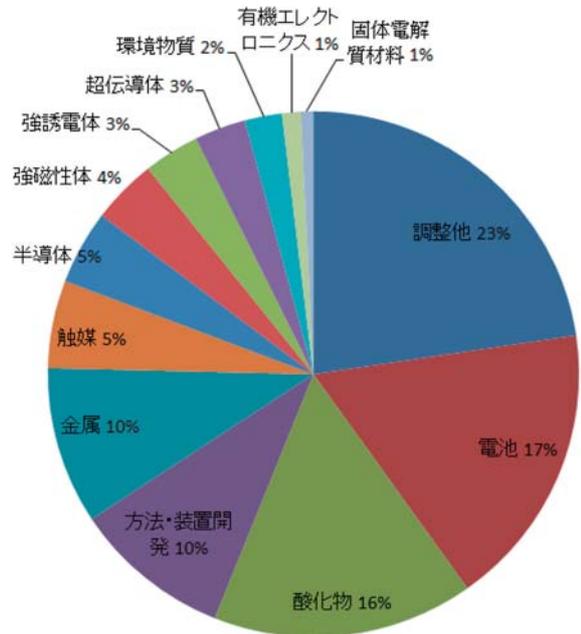


図2 実施内容によるシフト数の内訳

3. ビームラインの整備

2012年度はビームラインの整備・高度化として、硬X線光電子分光のためのX線移相子のビームラインへの設置、高分解能粉末回折計の半導体1次元検出器の2台化などを実施した。

3-1 高分解能粉末回折計の半導体1次元検出器の2台化

BL15XUの高分解能粉末回折計には、自動試料交換-センタリング装置と1次元半導体検出器Mythenやイメージングプレート（IP）カメラと一体的に動作させて多数の試料からの粉末回折強度データを連続的に収集するシステムが装備されている。このシステムでは、Mythenモードの場合には完全自動データ収集が可能であるが、高角度分解能を実現するために大半径カメラを採用したため、検出器が1回の測定でカバーできるデータの2θ範囲が約3.8°と小さく、結晶構造解析に必要な全データを収集するためには、2θ方向に検出器をスキャンしなければならない。このため、Mythenモードでより短時間でのデータ収集が可能となるように、将来的な検出器の増設も考慮し最大4台のMythen検出器を装備できる新しい2θアームを製作し、2012年度は2台目のMythen検出器を粉末回折計に組み込んだ。2台体制となったことに対応して、測定プログラムを改造した。さらに、データ処理用ソフトウェアを

開発した。具体的には回折計の幾何学的関係や実測データを組み合わせて 2θ の角度補正を行い、強度データのスケールリングを実施して各検出器からのデータを連結したものをユーザーに渡すようにした。標準試料を用いた評価の結果、Rietveld法に十分な精度の回折強度データを取得できることを確認した。

3-2 HXPESの電圧印加測定について

(1) 電圧印加XPS マニピュレーターに関して

電圧印加XPSサンプルホルダー受け(図3)は4端子構造を用いており、FET動作下での電子状態も測定している。電圧印加XPS マニピュレーターは θ (鉛直軸回転)、 ϕ (水平軸回転(赤丸部分))回転機構の採用により、光電子の脱出角依存性を測定する際ほぼ同じ領域の測定が可能になった。これにより1軸回転の際、光電子の同領域が測定できなかった問題を解決した。

(2) 電圧印加XPS測定時のサンプル受けおよび配線等の接触抵抗に関して

真空内でサンプル交換時に、サンプル受けおよびサンプルホルダー間の接触抵抗は0.01オーム以下(図4赤丸部分)に保つよう工夫されている。また出力ケーブルも0.1オーム以下に保たれており、デバイス動作下で光電子分光を行う際、デバイス以外でのポテンシャルドロップが無視できる。また、電源の入力端子はどのような電源にも対応できるようにしており、ロータリスイッチにより、電源を取り外すことなく、測定するサンプルを選定できる。

(3) 電圧印加XPS用サンプルホルダー

電圧印加XPS用サンプルホルダーは白色のセラミック積層構造に金のパッドを埋め込んだ構造であり、セラミック部分にサンプルをセットし、金のパッド部分にサンプルの配線を行う(図5赤丸部分)。ユーザーにはサンプルホルダーを前もって必要個数送り、研究室内でデバイスの配線等を行い、特性を事前にチェックできるようにしている。ユーザーがSpring-8に来てから生じていたサンプルの配線トラブルが激減し、効率の良い測定が可能となった。この結果、デバイス特性を保った状態で測定を行っている。

(4) 代表的な実験例および成果

本手法により、明らかになった研究成果は次のとおりである。ゲートスタック構造内のポテンシャル分布の電圧依存性^[1]、抵抗変化メモリのメカニズム解明^[2]、界面電子状態の電圧依存性^[3]、燃料電池/電極間のメカニズム解明^[4]。



図3 電圧印加XPSサンプルホルダー受け

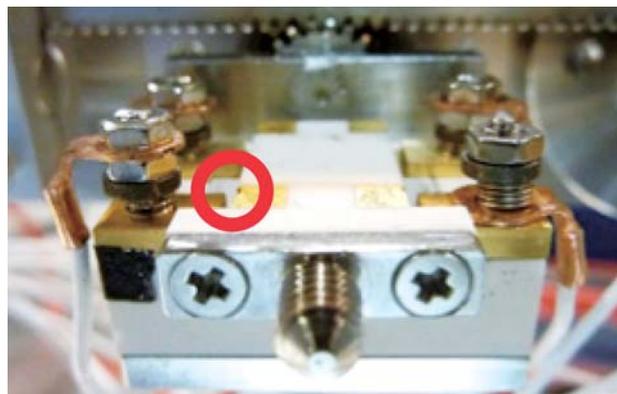


図4 サンプル受け

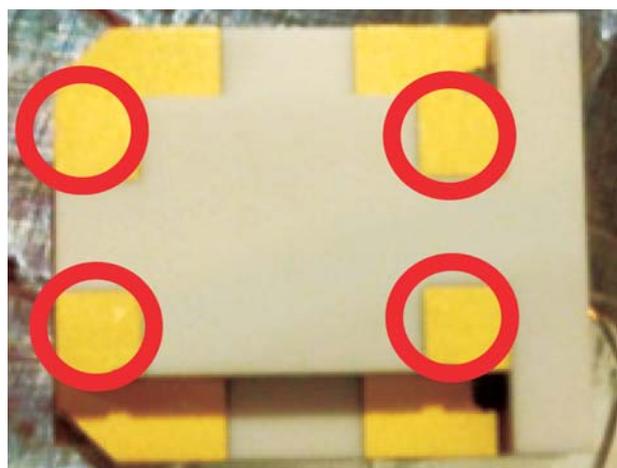


図5 サンプルホルダー

参考文献

- [1] Y. Yamashita, et al.: ECS Transactions **41** (2011) 331.
- [2] T. Nagata, et al.: Appl. Phys. Lett. **99** (2011) 223517.
- [3] Y. Yamashita, et al.: J. Appl. Phys. **113** (2013) 163707.
- [4] T. Tsuchiya, et al.: Sci. Technol. Adv. Mater. **14** (2013) 045001.

(独)物質・材料研究機構

田中 雅彦、勝矢 良雄、山下 良之、坂田 修身