BL13XU 表面・界面構造解析ビームライン

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。主な計測装置として第1 実験ハッチに設置された精密多軸回折装置、第3実験ハッ チに設置された超高真空表面X線回折装置と局所構造観察 のためのマイクロビーム回折装置がある。これまで、高フ ラックス光学系を実現するSi 111非対称分光結晶を導入 するなど、表面回折・散乱実験に適した高品位ビームの供 給にむけた計測基盤の整備を進めてきた。以下ではまず利 用状況を報告し、引き続き2013年度に行われた装置整 備・開発の詳細について報告する。

2. 利用状況

課題採択率は、2013A期、2013B期それぞれ、76.0% (全BL平均 68.8%)、46.4% (同 64 %)、採択課題総数は 33課題であった。その内18%が新規利用者によるもので、 利用者の新陳代謝も進んでいる。図1に採択課題の各種集 計データを示す。イノベーション課題の増加がみられ、審 査分科はD6(不均一系、非晶質)が過半数を占める。主 要装置の利用率は、汎用性の高い高精度多軸回折装置が半 数近くを占め、並んでマイクロビーム回折装置は利用者が 近年増加した。超高真空表面X線回折装置は、その場観察 の実験準備に実験ハッチを占有する必要があり割合が少な めになっている。今後の高スループット化が待たれる。ま た、これまで大多数であったX線回折・散乱による薄膜・ ナノ物質の構造評価、表面界面構造解析、デバイス材料解 析に加え、時間分解X線回折による薄膜解析やX線異常 散乱法を用いて非晶質の解析を行う利用者も増えてきてお り、利用計測技術の多様化も進んでいる。

3. ビーム位置安定化システムの整備:表面回折に適した 高品位ビームの供給にむけて

近年、BL13XUでは屈折レンズなどの集光素子を用いた微小ビームによる先端計測が実施されるようになってきた。この集光系では、100 µm程度のサイズの入射ビームを集光して、数µmから数百 nmの集光ビームを得ることができる。2011年度には、山崎ら^[1]によって、液体窒素



冷却Si 111分光器の縦方向の振動が従来の1/5程度まで 低減され、実験ハッチに導入される入射ビームの鉛直方向 のビーム位置の安定性は格段に改善された。一方で、水平 方向については、1日で100 μm程度(集光系に入射する ビームサイズと同程度)の長期ドリフトが観測されている。 入射ビームの位置安定化は、実験の高効率化および、精度 向上には必須の案件である。

そこで、入射ビームの水平位置を安定化する光学系の フィードバックシステムを整備した。実験ハッチ内に設置 したビーム位置モニタ(4つのSi PINフォトダイオード検 出器からなる)の出力をもとに、分光器後の横振り2枚ミ ラーの内、下流ミラーの角度を自動調整することで水平方 向のビーム位置安定化(ミラーによるビーム位置のPI制 御によるフィードバック)を行う。図2にビーム水平位置 安定化システム GUIのスクリーンショットを示す。制御 システムはLabVIEWを用いて構成してある。図3に、ビー ム位置モニタ後のビーム水平位置の時間変化を第3実験 ハッチ(光源より72m下流)で計測した結果を示す。X線 エネルギーは8 keV、ミラー視射角は7.0 mrad で、ミラー はRhコート面を使用した。フロントエンドスリットの開 口は、0.3 mm角である。ビーム鉛直方向は、MOSTAB (分光器のビーム位置フィードバックシステム)により別 途安定化している。ビーム水平位置の安定化システム無し の条件では、8時間で最大200 µm (ミラー角度にして 19 µrad)のビームドリフトがみられる場合があったが、 ミラー角度の最小制御量を0.1 uradとして同システムを 動作させた場合、±1.7 µm (同±0.16 µrad) までビーム 変動を低減できている。これにより、集光ビームの強度変 動を数%程度にまで抑えた安定測定が実現できた。



図2 ビーム水平位置安定化システム GUI のスクリーンショット。



図3 ビーム水平位置の時間変化。ビーム位置安定化システムを動 作させた場合(青色)と動作させなかった場合(赤色)。

4. マイクロビーム回折装置の整備

本装置では、半導体材料・デバイス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、高い空 間・角度分解能で測定することができる。2013年度は、 試料温度を精密に制御できる試料ホルダの整備、および一 次元検出器 MYTHEN の導入を行った。

精密温度制御試料ホルダの外観写真を図4(a)に示す。 水冷の銅製ヒートシンク、ゴニオメータとの断熱用セラミッ ク、銅製ホルダ部、セラミックヒータ、温度センサ(サー ミスタ)、断熱用二重ポリイミドフィルムからなる。温度の 安定性は±0.05℃程度で、約2分で1℃の昇温・降温が可 能である。階段状に温度制御させた際の様子を図4(b)に、 相転移温度付近における VO_2 マイクロワイヤ(サイズ $20 \times 1 \mu m^2$)の逆格子マップの測定結果を図4(c),(d)に 示す。低温絶縁相と高温金属相が確認できる。このように、 室温から100℃程度の範囲で精密に試料温度を制御して マイクロビームX線回折実験を実施できる環境が整った。



図4 (a)精密温度制御試料ホルダの写真。(b)階段状に温度制御さ せた様子。VO2マイクロワイヤの63℃における(c)絶縁相 04-4と(d)金属相-4-40の逆格子マップ。



マイクロビーム回折装置の検出器を最適化するために、 一次元マイクロストリップ型検出器 MYTHEN (DECTRIS 社製)を導入した。積分型のCCD検出器とは異なり、単一 光子計測型の検出器であり、読み出しノイズや暗電流が無 いことが特徴である。導入した MYTHEN は Si センサの厚さ 1 mm、サイズ 50 µm×8 mmのチャンネルが 1280 個並ん でおり、最大カウントレートは10⁶ cps 以上である。ダイナ ミックレンジは最大24ビットでCCD検出器よりも広い。 図5に MYTHEN と従来のX線 CCD 検出器で測定した Si 004の逆格子マップを示す。測定条件はそれぞれ、 MYTHENは1点10秒、0.002°刻み、±0.4°、カメラ長 375 mm、測定時間1時間19分で、CCD検出器はビニング 4×4、1点の露光時間10秒、0.002°刻み、±0.3°、カメ ラ長282 mm、測定時間1時間1分であった。CCD検出器 の測定では、回折ピーク付近で減衰板(1/15に減衰)を 使用した。MYTHEN を利用すれば強度比の大きく異なる 逆格子マップを高いS/N比で測定できることがわかる。 一方で、一次元検出器である MYTHEN では回折像を二次 元像として直接観察できず、測定対象はあおり角のずれが 小さい試料に制限される。このため、回折角(20)方向の 分解能を必要とする計測では、従来通りCCD検出器を用 いる方が有利である。

参考文献

 [1] H. Yamazaki et al.: J. Phys.: Conf. Ser., 425 (2013) 052001.

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