BL13XU 表面・界面構造解析ビームライン

1. 概要

表面や界面では、物質のもつ対称性が破れるため結晶 のかたまり(バルク)とは異なる特徴的な原子配列をとり、 それに起因して多様な物性があらわれる。表面・界面構 造解析ビームラインBL13XUでは、X線の回折・散乱現 象を利用して金属、半導体結晶の表面構造のその場観察 のほか、酸化物結晶、有機結晶、触媒の表面層や、その 上に成長した薄膜・ナノ物質構造が調べられている。デ バイス材料の局所歪みの評価や、静的な構造解析にとど まらない外場印加時の表面や界面の動的構造変化のその 場観察、表面における位相問題への取り組みなど、多岐 にわたるX線回折・散乱実験が行われている。

第1実験ハッチでは、高精度X線回折装置を用いた薄膜、 固体液体界面、ナノ物質の解析実験、第3実験ハッチでは、 超高真空表面X線回折装置による固体表面のその場観察 実験、第4実験ハッチでは、高分解能ナノビーム回折装 置によるデバイス材等の局所構造解析実験が主に行われ ている。第2実験ハッチは、ユーザー持ち込み装置用の 実験ハッチである。標準アンジュレータ・光学系に加え、 非対称分光結晶をもちいた大強度光学系も利用できる。 異常散乱等エネルギー可変型実験を効率化する光学系も 整備されている。以下に2015年度に行われた技術開発・ 高度化の詳細について報告する。

2. 表面回折のための高透過率集光素子の導入

放射光X線回折による表面構造解析では、表面界面に 存在するわずか数原子層の原子の配列を解析対象とする。 そのX線反射率は多く見積もってもバルクの百万分の一 以下であることから、常に利用フラックスの向上が求め られている。既存の横振りミラーを利用した水平方向の ビーム集光に加え、今回、垂直方向を集光するFresnel 型の大口径集光レンズを導入することで高密度光利用環 境を整備した。

図1(a)にFresnel型集光レンズの実験配置を示す。集 光レンズー系統につき数keV幅のX線エネルギー領域で のビーム集光が可能である。4系統のレンズを導入する ことで、10~20 keVの広いエネルギー領域にわたって ビームサイズが100 µm以下のX線集光ビームを生成で きる。これは通常利用されるビームサイズと同程度であ る。アパーチャサイズは1.5 mmで、フロントエンドス リットの最大開口条件で得られる入射ビームをほぼすべ て受け入れることができる。集光レンズに色収差がある ことを逆に活用して、第2実験ハッチ(レンズ・実験装 置間距離8.1 m)および第3実験ハッチ(同15.5 m)の 双方で集光ビームが利用できる構成とした。図1(b)に 集光ビームのプロファイル例を示す。集光ビームサイズ はブレードスリットをもちいたナイフエッジスキャンに よって評価した。入射X線のエネルギー15 keVの場合 に得られた最小集光ビームサイズは半値全幅(FWHM) で17.9 µmであった。回折効果も活用するため透過率が 高く(0.7 ~ 0.8)、標準光学系で4×10¹³光子数/秒程度 の高フラックス集光ビームが利用できる。本レンズの導 入によって、より高精度の表面回折データが取得可能と なったほか、表面回折の測定時間も短縮された。

3. 高分解能ナノビームX線回折装置の整備

本装置では、半導体・デバイス材料のサブミクロン領 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。2015年度は、 金属ワイヤを走査する方式の回折ビームプロファイラを



図1 (a) Fresnel 型集光レンズの実験配置とレンズ部分の拡大
写真(4系統のレンズ)。(b) ナイフエッジスキャンによる集光ビームサイズの評価例。



図2 回折ビームプロファイラを利用した深さ分解ナノビームX 線回折法の模式図

導入して、深さ分解ナノビームX線回折測定を実現した。 これにより、バルクのような厚い試料も高い空間分解能 でナノビームX線回折測定が可能となる。

本方法では、金属ワイヤ(例えば、100 µm径の白金 ワイヤ)を試料から数百 µm 程度離れた位置で試料表面 と平行に走査しながら回折X線を測定する。回折線がワ イヤで遮られたときのワイヤの位置が、その遮られた回 折線を生じる試料の深さに対応する。図2に模式図を示 す。ワイヤの位置Dが最表面からの回折線だけを通すワ イヤの位置となる。ワイヤを位置Dから図の右方向へ走 査するに従い、試料のより深い場所からの回折線も同時 に観測されるようになる。従来の測定手順にこの走査方 法を加えて差分をとることで、X線の侵入長程度の厚さ の試料に対しては1 µmを切る深さ分解能で、これまで どおりの高い面内空間分解能の逆格子マップ測定が可能 である。測定ソフトウェアでは、試料面内の座標とワイ ヤの位置をパラメータとして与えることで、試料上の任 意の場所でワイヤを走査させながら逆格子マップの測定 を行うことができる。

> 利用研究促進部門 構造物性Iグループ 田尻 寛男、今井 康彦