

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2016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X線回折計測の迅速化

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な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、計測時間に数日を要してしまう場合も多い。研究対象を拡大し、より広範なユーザーの要望に応える上で計測時間はボトルネックとなっていた。そこで、従来のロッキングモードとよばれる試料を揺動する方式に加え、試料を揺動しない代わりに二次元検出器をもちいる静止モードとよばれる計測方式を導入した。第3実験ハッチに設置された、分子線エピタキシー法によるその場試料作製が可能な超高真空槽を備えた表面回折装置の実験レイアウトを図1に示す。図1挿入図に示すように、検出器軸に設置された二次元検出器をもちいて、回折像とそのまわりのバックグラウンド信号を同時に計測するため、格段に計測時間を短縮することができる。酸化物界面を評価したユーザー実験例^[1]では、従

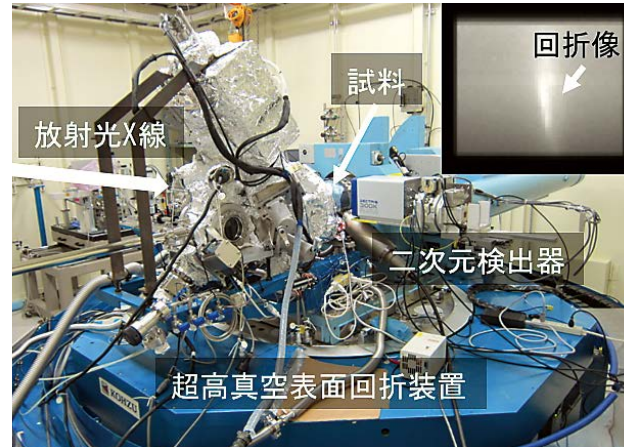


図1 迅速計測を実現する二次元検出器をもちいた表面X線回折法の実験レイアウト。右上挿入図は二次元検出器で得られた試料からの回折像の例。

来法に比して10倍以上の迅速測定が実現できた。本計測方式の導入によって、上述のとおり表面回折の測定時間を短縮できるほか、より高精度の表面回折データも取得可能となるため、より高品位なデータをユーザーに提供できることとなる。

参考文献

- [1] D. Kan, Y. Wakabayashi, H. Tajiri, Y. Shimakawa: *Phys. Rev. B* **94**, (2016) 025112.

3. 高分解能ナノビームX線回折装置の整備

本装置は、X線マイクロ・ナノビームを用いたX線回折法により、半導体材料やデバイス中の局所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。これまで、集光素子としてフレネルゾーンプレートを用いていたが、15 keV以上の高エネルギーX線に対して集光効率が著しく低下することが問題であった。そこで、高エネルギーX線を高効率に集光可能な石英製キノフォームレンズを導入した。

キノフォームレンズは、石英基板上にリソグラフィとドライエッチングのプロセスによりパターンを形成したものである。図2(a)に、同レンズの顕微鏡写真を示す。100 μm深さのエッチングの実現により、100×100 μm²のレンズ開口を確保した。また、レンズによるX線の吸収を低減するため、レンズ外側の部分を矩形に除去している。焦点距離200 mmと100 mmのレンズを作製し、

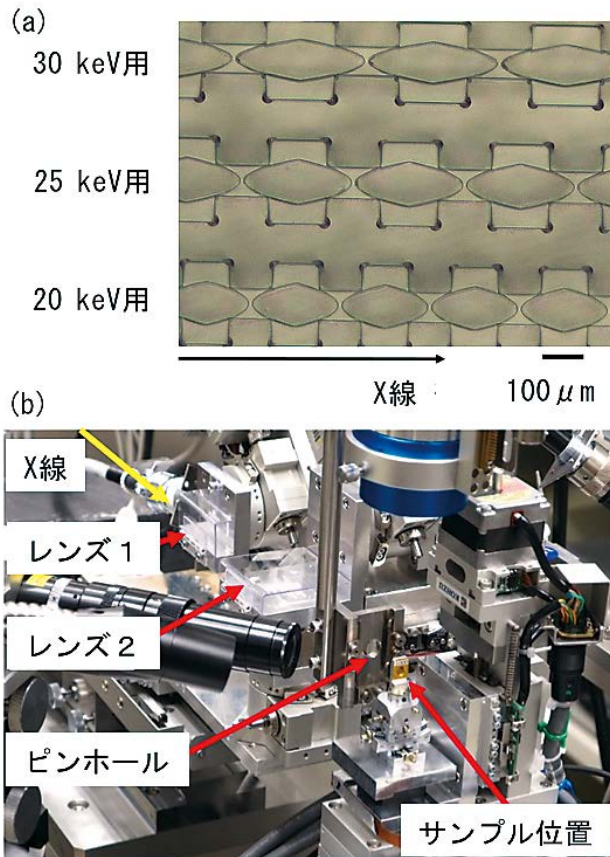


図2 (a) 石英製キノフォームレンズの顕微鏡写真。(b) 石英製キノフォームレンズを用いた実験レイアウト。レンズ1(縦集光用)とレンズ2(横集光用)が光軸上に並んでいる。

これらを縦横に組み合わせることで、水平・鉛直の両方向の集光を実現した (図2(b)参照)。

同レンズによる放射光X線の集光試験を行った結果、X線エネルギー 20 keVで $0.77 \times 2.49 \mu\text{m}^2$ (水平 × 鉛直方向)、25 keVで $1.11 \times 1.70 \mu\text{m}^2$ 、30 keVで $2.33 \times 3.20 \mu\text{m}^2$ のビームサイズを得た。また、30 keVにおいて39%と高い集光効率を達成した。高エネルギーX線マイクロビームを用いれば、Ag、Inなどの蛍光を利用した精密位置調整や、試料深部からの回折測定が可能となり、観測可能な逆格子空間も拡大させることができるため、より一層高度なユーザー支援が可能となる。

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
隅谷 和嗣、今井 康彦