

## BL13XU 表面・界面構造解析

### 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、非対称分光結晶を用いた大強度光学系も利用できる。利用ビーム位置を安定化させるシステムのほか、放射光の波長選択性を活用した異常分散X線回折等の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2017年度に行われた技術開発・高性能化の詳細について報告する。

### 2. 実用材料のプロセス処理中その場回折実験の実現

近年、記憶媒体に用いられる磁気ヘッド材料である磁性薄膜など実用材料の解析を望むユーザーが増加している。その要望のなかでも、特に、実用材料作製におけるプロセス処理中の構造変化を観察したいという声は大きい。そこで、材料加熱処理中の様子をリアルタイムで放射光観察するための計測基盤を整備した。

図1にその場観察回折実験のレイアウトを示す。第1実験ハッチに設置されている多軸回折装置に、真空度 $10^{-5}$  Paから $10^{-6}$  Pa台の真空中で試料を600℃までその場加熱可能な真空加熱装置を組み込んでいる。真空容器上部に放射光観察のためのドーム型X線窓が取り付けられている。図1右下挿入図に示すとおり、ドーム型X線窓の中に10 mm角程度の大きさの試料が収められるようになっている。試料台内部に加熱ヒーターが組み込

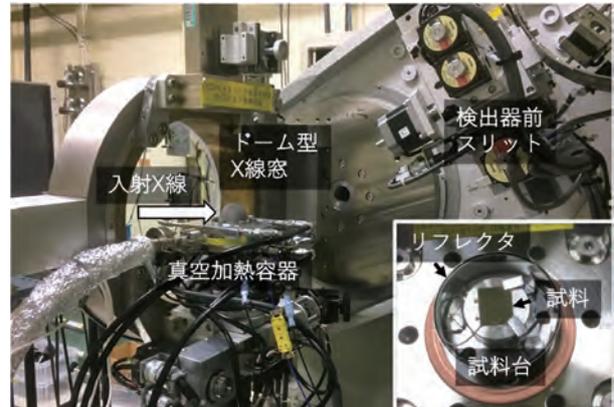


図1 その場観察回折実験のレイアウト。右下挿入図はドーム型X線窓内部の試料まわりの様子

まれており、試料台中央には試料温度をモニターするための熱電対が取り付けられている。そのため、フィードバック制御機能をもつ温度調整器を使用して自由に試料温度を設定できる。試料加熱中の熱輻射による真空容器やX線窓の昇温を極力低減させるために、試料台を囲むようにリフレクタ（反射板）が2枚装備されている。さらに、本装置には水冷ジャケットと水冷ステージが取り付けられており、本装置を直接取り付けるゴニオステージは全く昇温しないつくりとなっている。

加熱処理条件を変えた複数のオフライン作製試料をSpring-8に持ち込んで評価する従来の方法では、試料作製・処理条件のばらつきといった外的要因によって生じる試料毎の回折強度のばらつきの影響が避けられない。一方、本方法では同一試料の同一箇所の温度による構造変化を評価することが可能であり、ユーザーは上述の外的要因を解除したより高精度なデータを持ち帰ることができる。例えば、コバルト系磁性薄膜を評価したユーザー実験では、加熱時間によって結晶粒径が系統的に変化する様子をとらえることができた。このように本計測基盤の整備によって、より質の高いユーザー支援が可能となった。

### 3. 高分解能マイクロX線回折装置

本装置は、半導体・デバイス材料の格子歪と格子面の傾きを分離して高分解能に分析することができ、利用X線のエネルギーに応じて集光素子であるフレネルゾーンプレート（FZP）又は屈折レンズ（CRLs）を選択して使用している。しかし、集光素子の切替には時間がか

JASRI 利用研究促進部門

回折・散乱IIグループ

田尻 寛男、隅谷 和嗣、今井 康彦

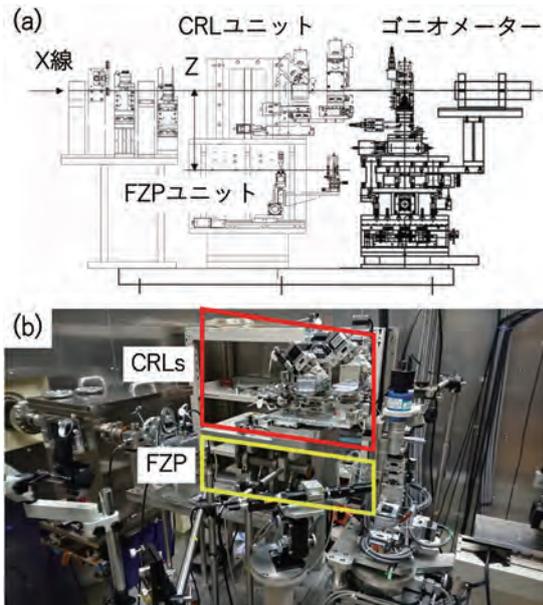


図2 集光光学系切替機構の概要 (a) 概要図、(b) 装置の外観

かるため、1件のユーザー課題で2つの集光素子を利用することは難しかった。そこで、2017年度にはこの2つの集光光学系を容易に切替可能とする調整機構の導入を行った。

図2に集光光学系切替機構の概要を示す。2つの集光素子で共通して使用するスリット、アッテネーター、強度モニターが上流側に設置されており、その下流に切替機構が設置されている。本機構は二階建ての構造になっており、下段にFZPユニット、上段にCRLsユニットが設置されている。FZPの上流側にはセンターストップが設置されている。一方、CRLsとしてX線エネルギー20、25、30 keV用の石英製キノフォームレンズが利用でき、2つの一次元集光用レンズを縦横に組み合わせて二次元集光が実現される。手動ステージでこれらを上下することにより、集光素子を切り替えることができる。ステージにはマイクロゲージが取り付けられ、切替時のステージ位置を1  $\mu\text{m}$  以下の精度で調整可能である。

通常、X線エネルギーが20 keV以下ではFZP、20 keV以上ではCRLsが利用される。典型的なビームサイズとしてFZPでは8 keVにおいて $0.24 \times 0.31 \mu\text{m}^2$ 、CRLsでは30 keVにおいて $2.3 \times 3.2 \mu\text{m}^2$ 程度の微小ビームが得られている。光量は各エネルギーでおよそ $10^9$ 光子数/秒程度である。本機構の整備により、集光X線のエネルギーを6~30 keVの広い範囲で迅速に切替可能になった。これにより、逆格子マッピング測定と蛍光X線マッピング測定を一件のユーザー課題中に実施するなど、ビームタイムの柔軟な利用が可能になり、よりユーザーが利用しやすい測定環境が整った。