

BL46XU 産業利用Ⅲ

概要

2009年度におけるBL46XUの利用状況における大きなトピックスとして、硬X線光電子分光（HAXPES）装置の利用者数の急増があげられる。前年2008年度の全利用課題数に対するHAXPES装置の利用課題数の比は27%であったが、今年度は44%と大幅に増加した。これは、前年度と今年度に計3回実施したHAXPES装置の研修会による認知度向上の成果と考えている。HAXPES利用ニーズの増加によりBL46XUの他の装置（多軸X線回折計、薄膜構造評価用X線回折計（ATX-GSOR））を含めた全体の採択率が低減したため、装置運用の効率化による実施可能な課題数の増加を図った。

HAXPES装置では縦集光ミラーの導入により入射ビームを高フラックス化して信号強度の向上を実現するとともに、試料交換の短時間化を図るため、試料チャンバーの改造を2009年度後半に行った。これにより、実験内容によっては最短1シフトのHAXPES利用課題も受け入れることが可能となり、その結果成果専有課題による利用の増加にもつながった。前年2008Aから今年前半の2009Aまでの3期で成果専有利用が3課題だったのに対し、上記改造が完了した2009B期で4課題の利用があった。

多軸回折計では、薄膜X線回折における測定モードの切り替え（試料面内方向走査⇔試料面直方向走査）を簡便化するための小型ソーラースリットの導入を行った。この改造と前年度BL19B2の回折計装置で開発した自動薄膜試料セッティングプログラムの導入により薄膜試料X線回折実験の大幅な効率化を実現できた。その結果、試料交換と装置の取り扱いが容易なATX-GSORで行われていた課題が多軸回折計で実施されるようになり、2008年度63%だった多軸回折計利用課題比率は2009年度90%に増加した。以下に各装置の状況詳細について説明する。

1. 硬X線光電子分光（Hard X-ray Photoemission Spectroscopy : HAXPES）

光源光学系部門の協力を得て、垂直集光ミラーを導入し試料からの光電子捕集効率の向上を図った。ミラーのスペックはPtコート楕円筒面ミラー、光軸方向サイズ250 mmの小型ミラーでBe窓を持つ真空チャンバー中に収納し、HAXPESアナライザーの石定盤上試料チャンバー上流側に設置されたミラー角度および位置制御用の自動ステージ上に設置した（図1参照）。入射角6.81 mradの時、焦点距離555 mmの試料表面上でビームの垂直方向サイズ20 μm を実現した。この垂直集光による信号強度増強の効果を

Au4fスペクトルで評価した結果を図2に示す。この図が示すように約4倍程度の利得を得ることに成功した。

さらに試料交換の短時間化、簡便化を図るため、図1に示すようなロードロック機構を導入した。これにより測定チェンバーを大気開放せずに高真空中に保ったまま試料交換を行うことができるようになり、以前2時間が必要だった試料交換から測定再開までの時間を1時間まで短縮できた。

上記の改造により、1利用課題の実施に必要なマシンタイムを約1/4に短縮化することができた。これにより、高い測定効率を必要とする成果専有課題の利用が増え、2009B後期では最短1シフトの成果専有課題の実施を受け入れることができた。

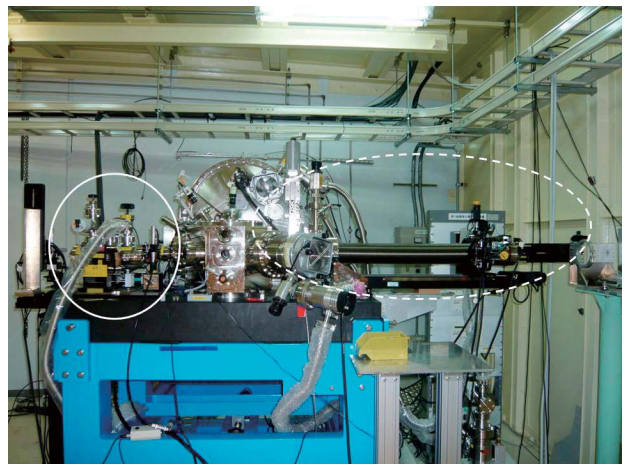


図1 垂直集光ミラー設置（白丸）及び試料チャンバーへのロードロック機構（白点線丸）の設置が完了したHAXPES装置

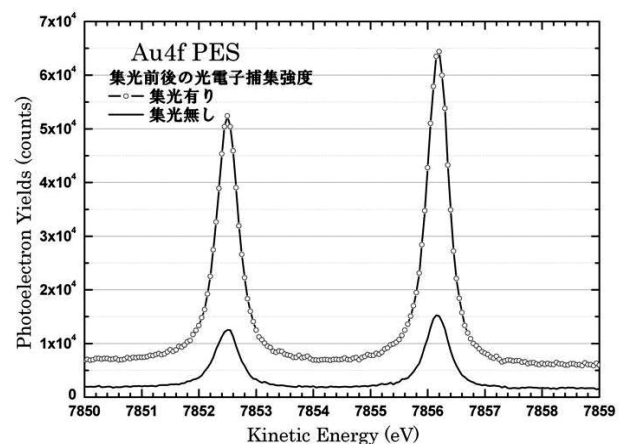


図2 垂直集光ミラー導入前後のAu4f HAXPESスペクトルの比較

更に、これまで入射X線のエネルギーは標準として8 keVの設定で運用してきたが、光電子スペクトルの励起エネルギー依存性の検討や、高束縛エネルギーの内殻スペクトル(Cu1sなど)の検出といった利用ニーズにこたえるため、6 keV、10 keVによる運用を検討した。その結果、エネルギー変更に伴う光学パラメーターの確定により2時間程度の調整でユーザー利用に供することが可能となった。これを利用した測定例として、ダイヤモンドのC1sスペクトルのリコイル効果によるピークシフトの励起エネルギー依存性を測定したデータを図3に示す。

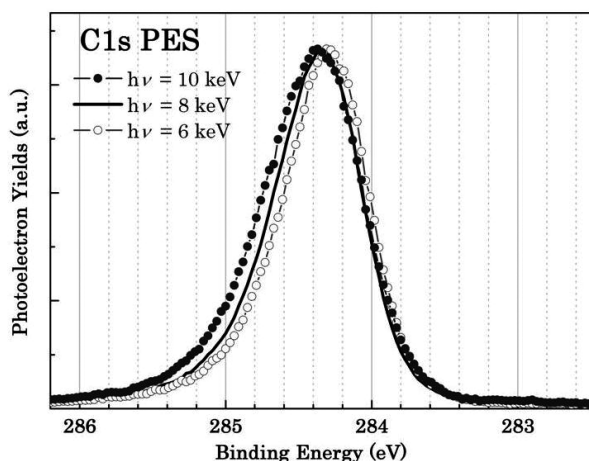


図3 ダイヤモンドのC1s HAXPESスペクトルの励起エネルギー依存性



図4 多軸回折計の検出器アームに設置した小型ソーラースリット

果専有課題を受け入れやすくなった。

また、多軸回折計の検出器としてin-situ XRD測定や薄膜試料の微小角入射X線小角散乱実験等への2次元ピクセル検出器PILATUSの利用が進み、2008年度の利用課題数5に対し、今年度は9課題となった。

産業利用推進室 産業利用支援グループ
佐藤 眞直、小金澤 智之
廣沢 一郎

2. X線回折計（多軸回折計、薄膜構造評価用X線回折計(ATX-GSOR)）

多軸回折計では、微小角入射X線回折(GID)による薄構造解析

において試料面内方向走査配置と試料面直方向走査配置の変更を容易にするために、小型ソーラースリットの導入を行った(図4参照)。従来から用いている大型ソーラースリット(角度分解能0.1度)は重量8 kgと重く、走査配置変更にとまうソーラースリットのブレードの向き変更に約30分程度を要し、ユーザーによる作業も難しかった。そこで、ATX-GSORで使用している小型のソーラースリット(角度分解能0.44°)を多軸回折計に取り付けるアタッチメントを作成し、走査配置変更に要する時間を10分程度に短縮するとともにユーザーによる走査配置変更も可能となった。さらに自動薄膜試料セッティングプログラムの導入により、多軸回折計での薄膜X線回折測定の効率が大幅に向上し、ATX-GSORのユーザーの一部が多軸回折計を利用して実験するようになった。その結果、約2～3シフトを要していたATX-GSORの実験ハッチへの搬入・搬出作業の頻度が少なくなったため、施設留保マシンタイムでの時期指定成