

軟X線ビームラインBL12の現状

小林 英一

九州シンクロトロン光研究センター

九州シンクロトロン光研究センターの軟X線ビームラインBL12では、軟X線吸収端近傍微細構造 (NEXAFS : Near-edge X-ray absorption fine structure) 測定とX線光電子分光 (XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy) 測定が行える。ビームラインには、XPS/NEXAFS測定装置とNEXAFS測定装置の2台の装置が設置されている。XPS/NEXAFS測定装置では、XPSスペクトルと全電子収量法と全蛍光収量法によるNEXAFSスペクトルが測定できる。NEXAFS測定装置でも、全電子収量法と全蛍光収量法によるNEXAFSスペクトルが測定でき、NEXAFSスペクトルの入射角依存性の測定もできる。さらに、材料の温度を変えることができる加熱冷却機構付きホルダーが設置してあるため、材料を加熱或いは冷却しながらNEXAFSスペクトルの測定が可能である。何れの装置でも、試料を大気に曝すことなく分析装置へ導入できる試料搬送導入装置[1, 2]を用いた測定ができる。

[1] 小林英一, 明角淳志, 岡島敏浩, 瀬戸山寛之, 特開第5234994号

[2] 小林英一, 明角淳志, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, Journal of Surface Analysis, Vol. 19, pp. 2-5, 2012.

軟X線ビームラインBL12の現状

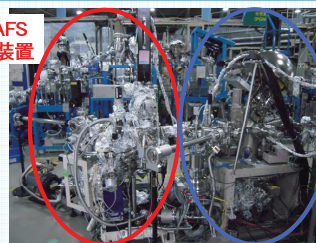
小林英一
九州シンクロtron光研究センター



概要

九州シンクロtron光研究センターの軟X線ビームラインBL12では、軟X線吸収端近傍微細構造(NEXAFS: Near-edge X-ray absorption fine structure)測定とX線光電子分光(XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy)測定が行える。ビームラインには、XPS/NEXAFS測定装置とNEXAFS測定装置の2台の装置が設置されている。XPS/NEXAFS測定装置では、XPSスペクトルと全電子収量法と全蛍光収量法によるNEXAFSスペクトルが測定できる。NEXAFS測定装置でも、全電子収量法と全蛍光収量法によるNEXAFSスペクトルが測定でき、NEXAFSスペクトルの入射角依存性の測定もできる。さらに、材料の温度を変えることができる加熱冷却機構付きホルダーが設置してあるため、材料を加熱あるいは冷却しながらNEXAFSスペクトルの測定が可能である。何れの装置でも、試料を大気に曝すことなく分析装置へ導入できる試料搬送導入装置[1, 2]を用いた測定ができる。

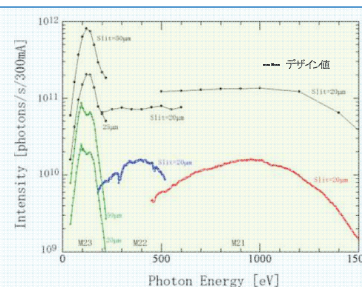
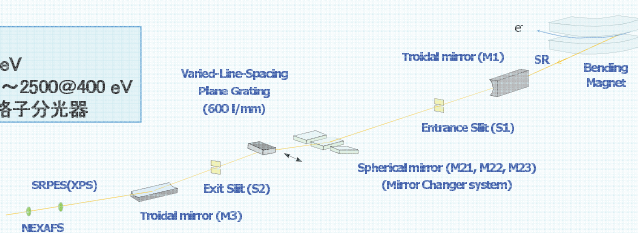
NEXAFS
測定装置



XPS/NEXAFS
測定装置

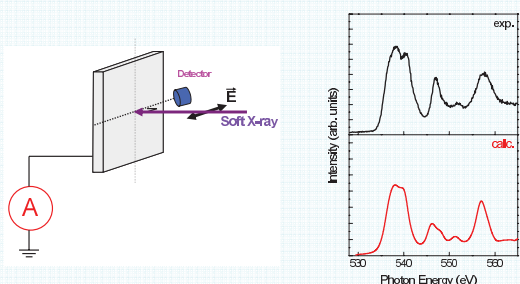
BL12

- ・ペンディングビームライン
- ・エネルギー範囲: 40 ~ 1500 eV
- ・エネルギー分解能 (E/ΔE): ~2500@400 eV
- ・分光器: 不等刻線間隔回折格子分光器



NEXAFS分光法

NEXAFS分光法は、真空準位近傍の非占有電子状態を観測することから、わずかな化学結合状態の変化に敏感な測定手法である。NEXAFSスペクトルの測定には大きく試料表面から放出される電子を検出する電子収量法と蛍光X線を検出する蛍光X線収量法とがある。前者は表面敏感であり、後者はバルク敏感である。一般に軽元素では、X線照射によって発生した内殻正孔の緩和過程はオージェ電子放出が支配的であり、蛍光X線の発生が少ないことから、この分野では試料に流れる電流を測定する全電子収量法が主であった。全蛍光収量法(total fluorescence yield, TFY)は、試料から放出される全ての蛍光X線を検出する手法であり、絶縁材料や材料が動作中の軽元素の分析が可能である。軟X線領域の蛍光強度は硬X線領域の蛍光強度よりも桁違いに弱い。蛍光を高感度で検出するには検出立体角を大きく取ることが重要である。そこで、検出器として大きな径の受光部を準備できるマイクロチャンネルプレートを用いた高感度な全蛍光収量測定装置を開発した。

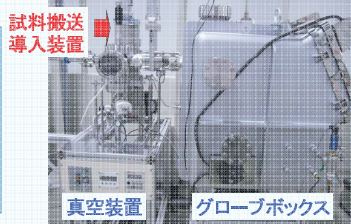


実験配置

TFYによって得られたMgO単結晶のO K-edge NEXAFSスペクトル。観測されたスペクトルは第一原理計算で求めたスペクトルとよく一致している。このことは、TFYによるNEXAFSスペクトルはバルクの構造を反映していることを示唆している。

グローブボックスと真空装置を連結させた装置

試料を不活性ガス雰囲気下のグローブボックス内で分解や表面処理した後、大気にさらすことなく、試料搬送導入装置に移動できる装置を構築した。試料を入れた試料搬送導入装置は測定装置の準備槽に直接接続することができる。

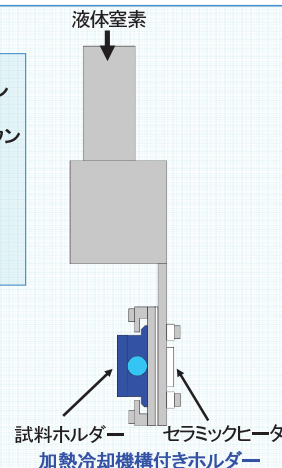
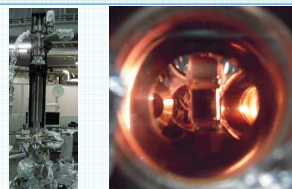


真空装置

グローブボックス

加熱冷却機構付きホルダー

- 加熱冷却機構付きホルダーの特徴は、
- 1) 測定装置の真空を保ちながら試料をトランスファーができる。
 - 2) 外径φ70mmのコンフラットフランジにマウントされている。
 - 3) セラミックヒータにより、加熱できる。
 - 4) 液体窒素により、冷却できる。
 - 5) 試料温度を測定できる。
 - 6) 試料電流を測定できる。
- などである。



試料搬送導入装置

- グローブボックスや真空蒸着装置などで試料調整後、
- 1) 試料を大気にさらすことなく分析装置へ導入できる
 - 2) 装置内を高真空程度まで排気できる
- 同軸型直線導入機を用いた試料搬送導入装置[1, 2]を開発した。

- 本装置の特徴は、
- 単純な構造(同軸型直線導入機, 真空容器, 試料格納部)
 - コンパクト
 - 製作や改良や修理が容易
 - 製作及び維持コストが低い
 - 汎用性が高い
- である。試料搬送導入装置内の到達真空度は $\sim 4.6 \times 10^{-4}$ Paで、真空封じて20日間、 1×10^{-3} Pa以下に保つことができる。



[1] 小林英一, 明角淳志, 岡島敏浩, 瀬戸山寛之, 特開第5234994号
[2] 小林英一, 明角淳志, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, Journal of Surface Analysis, Vol. 19, pp. 2-5, 2012.