

BL12における光電子分光・軟X線吸収端近傍微細構造測定の実況

瀬戸山 寛之、大谷 亮太、小林 英一、岡島 敏浩
九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS)

BL12は、不等刻線間隔平面回折格子を採用した斜入射分光器を備えた、40eVから1500eV程度までの幅広い領域のエネルギーの軟X線が利用可能なビームラインであり、光電子分光測定のほか、K吸収端におけるLiからAlまでのXANES測定が可能である。本年度は、昨年度までに整備された光電子分光/XANES測定装置の安定運用と共に、新規に軟X線吸収端近傍微細構造(NEXAFS)測定装置の立上げを行い、入射角(偏光角)依存性NEXAFS測定が可能となった。高配向熱分解黒鉛(HOPG)の入射角依存性NEXAFSスペクトルを図1に示す。入射角の変化によりC1s $\rightarrow\pi^*$ 遷移由来のピーク強度変化が観測されており、装置の正常動作が確認できる。この他、より表面敏感な測定手法である部分電子収量法NEXAFS測定が行えるようMCP検出器の整備も進めている。

BL12の実況の課題としては、エネルギー分解能・強度の向上、高次光の除去、偏光度測定、制御ソフトウェアの操作性向上等、依然課題は多いが、順次調整/整備を行う予定である。当日のポスター発表においては、ビームライン利用/整備状況について報告する。

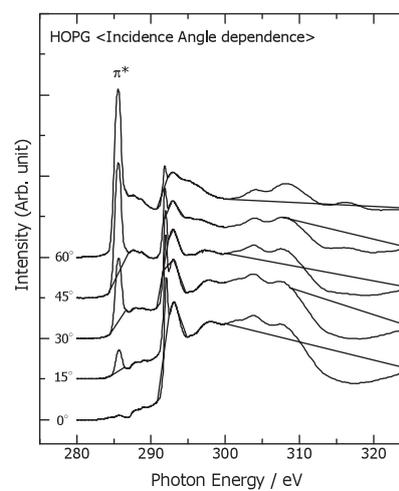


図1. HOPGの入射角依存性NEXAFSスペクトル(C-K端).

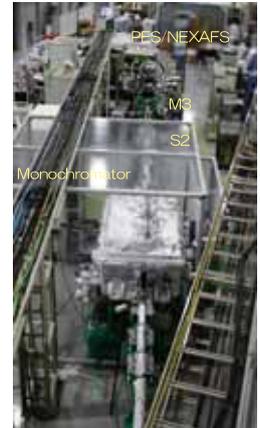
○瀬戸山寛之、大谷亮太、小林英一、岡島敏浩
九州シンクロトロン光研究センター(SAGA-LS)

概要

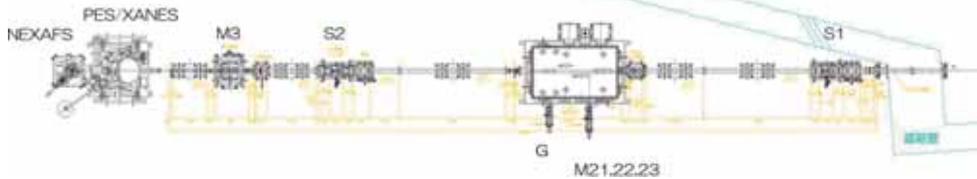
ビームライン (BL12) は、シンクロトロン (SR) 光の産業利用を主たる目的とした軟X線利用分析ビームラインである。BL12には、機能性材料の状態分析や電子構造測定等が行えるよう、放射光励起光電子分光 (SR-PES) / 軟X線吸収端近傍微細構造測定装置が常設されており、昨年度から、ユーザーへの一般利用実験に供用されている。本報告では、BL12の実況、および、薄膜の配向評価を目的として新規に導入した偏角依存性軟X線吸収端近傍微細構造 (NEXAFS) 測定装置の整備状況を紹介する。

Beamline (BL12)

BL12は、SAGA-LS蓄積リング (1.4GeV、周長756m) の偏向電磁石からの放射光を光源とする、全長約2.1mのベンディングマグネットビームラインである。分光器には、不等刻線間隔平面回折格子を用いる斜入射型分光器を採用しており、光学素子の組み合わせ (3種類の球面鏡と回折格子) を切替えることで (i) 40~200eV、(ii) 200~550 eV、(iii) 500~1500 eVの軟X線を利用可能としている。



BL12の外観(上流側より)



光学配置



光学素子パラメータ

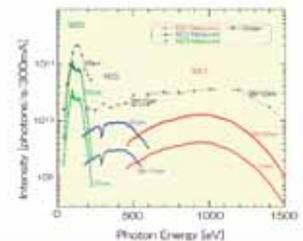
光学素子	形状	サイズ(mm)	曲率	材料(透過率%)
M1	ドイラ	φ50L×φ40W×30X	170°	PP140000 T=129.52
M2.1	球面	300L×φ40W×30X	177°	PP175140
M2.2	球面	300L×φ40W×30X	175°	PP165205
M2.3	球面	200L×φ40W×30X	170°	PP52079
G	非等刻線間隔平面回折格子	200L×φ40W×30X	175° (for M2.1) 175° (for M2.2) 167° (for M2.3)	PP1600 1mm
M3	ドイラ	300L×φ40W×30X	177°	PP70228 T=79.8

<光源関係>

光源：ベンディングマグネット
取り出しポート：4 ライン
距離：傾斜ドイラミラー (鏡光点から3.7m)

光量測定

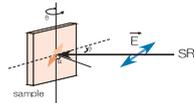
- 検出器：5フォトダイオード (ROTHMAN-100)
- 測定位置：試料位置から50cm下流



Experimental station

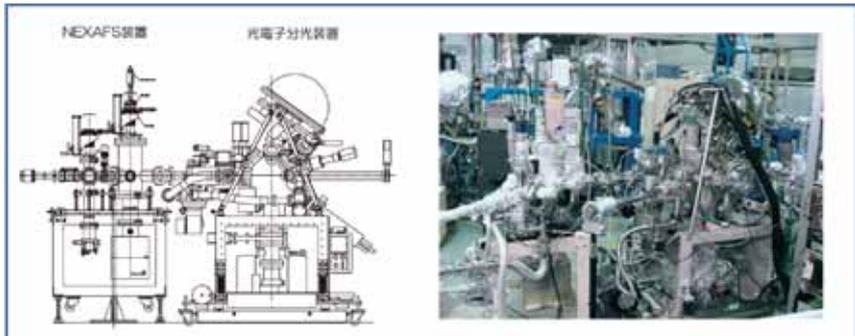
- 光電子分光装置に加えて、分子配向評価に有効な偏角依存NEXAFS測定装置を新たに整備

NEXAFS強度と偏角との関係式



$$I(\theta) = A \left\{ P \left[1 + \frac{1}{2} (3 \cos^2 \theta - 1) (3 \cos^2 \alpha - 1) \right] + \frac{3}{2} (1 - P) \sin^2 \alpha \right\}$$

θ: 表面水平からのSR入射角、α: 表面垂直からの遷移モーメントの角度
A: 定数、P: 偏光度
※ X線入射角を変えたときの遷移強度 (例えば、3回対称以上の対称性を持つ表面の場合)



NEXAFS装置

○検出系

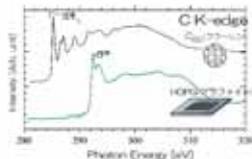
- 試料電流測定
- メッシュ付きMCP (監視中)
 - 部分電子収集法 (表面敏感性UP)

○試料ステージ

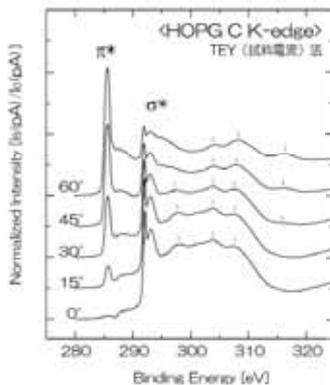
- 5軸 (XYZ, 入射角θ、φ/試料面内回転角)

○試料導入チェンバー

- 一度に試料ホルダーを4個、保管可能。



・ 標準材料 (フラーレンとHOPG) のNEXAFSスペクトル (C K-edge領域)。どちらも炭素のみを構成元素とするが、結合状態によりNEXAFSスペクトルが大きく異なる。



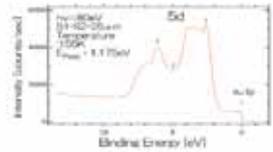
・ 高配向性熱分解グラファイト (HOPG) の偏角角 (入射角) 依存性NEXAFSスペクトル: C K-edge領域。偏角角が大きくなるにつれ、hv=285eV付近に観測されたC1s電子遷移由来のピークの強度が増していくことが分かる。

光電子分光装置

○電子アナライザー

(LULVAC PhI社製 Model-1600C)

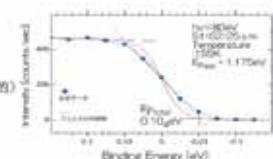
- ・ 偏角角: 180°
- ・ 電子軌道中心直径: 279.4mm
- ・ 検出系: 16チャンネルMCD
- ・ 最小エネルギーステップ: 25 meV
- ・ 誘引エネルギー: 0 ~ 3200 eV (最大)
- ・ アパーチャー: 0.8 φ



金 (Au) 5d 基底の光電子分光スペクトル (遷移電子)

○試料ステージ

- 5軸 (XYZ, θ/アオリ入射角、φ/試料面内回転角)
- ・ 試料加熱/冷却: 800C > T > -110C (液体窒素、加熱冷却と試料面内回転は排他的)
- ・ 試料電流 (XANES) 測定可能



金 (Au) 6p 基底の光電子分光スペクトル (フェルミ準位近傍: Au 6p)。BLとESのシステム全体でのエネルギー分解能: ~800.

○試料導入チェンバー

- 一度に試料ホルダーを6個、保管可能。