

あいちSR BL7Uにおける軽元素XAFS ～絶縁体試料との闘い～



AichiSR

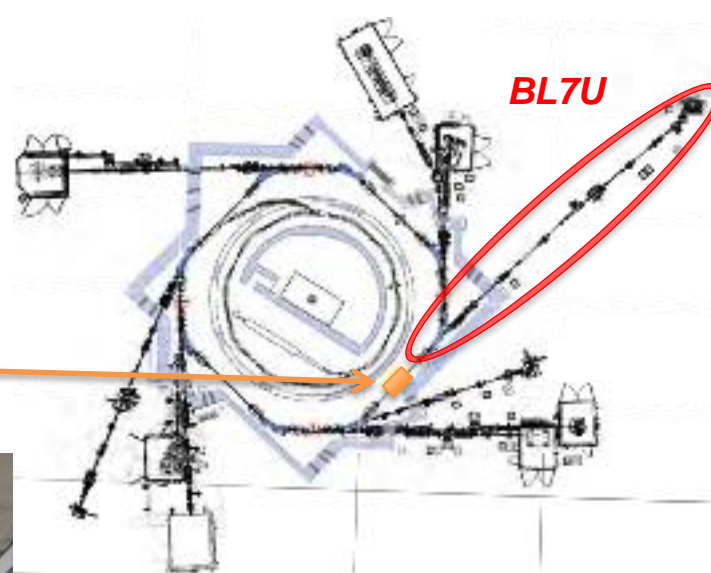
公益財団法人 科学技術交流財団
あいちシンクロトロン光センター
仲武 昌史

第1回シンクロトロン光産業利用セミナー
2018年10月1日 愛知県産業労働センター「ウイंकあいち」1301会議室

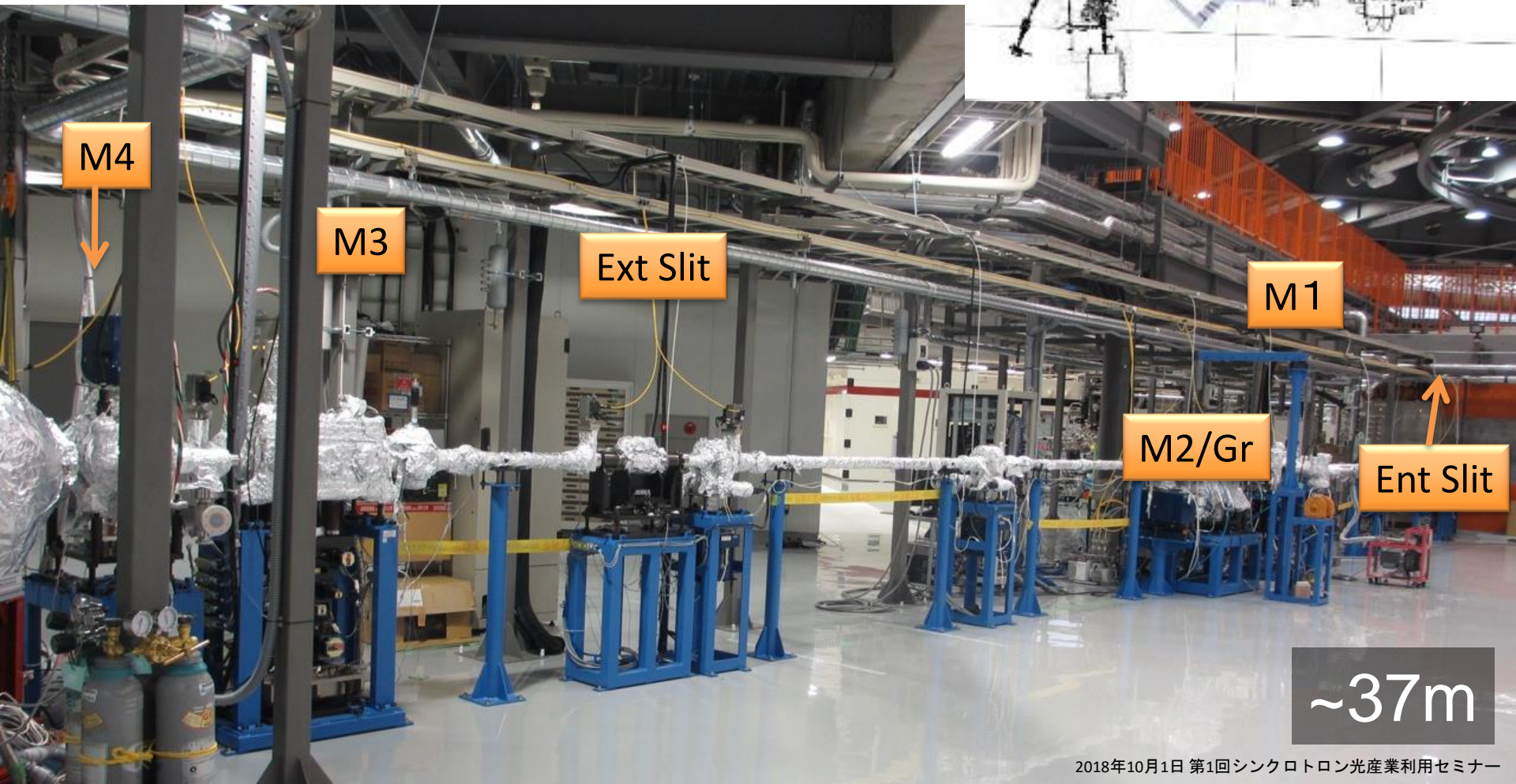


AichiSR

BL7Uの概要



アンジュレータ

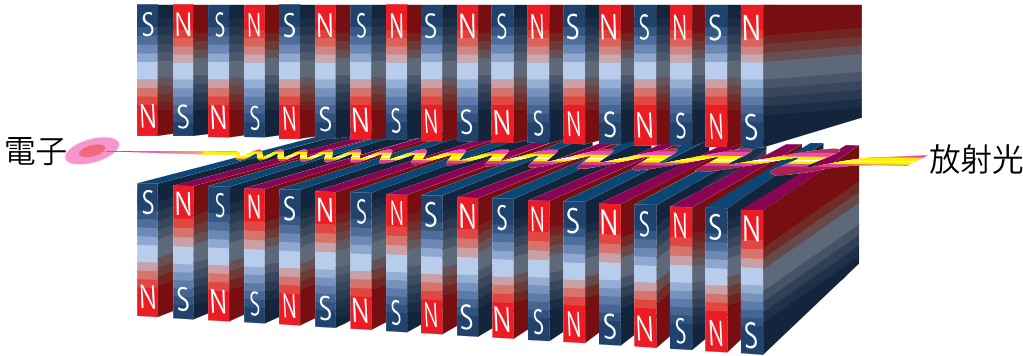


~37m



アンジュレータ

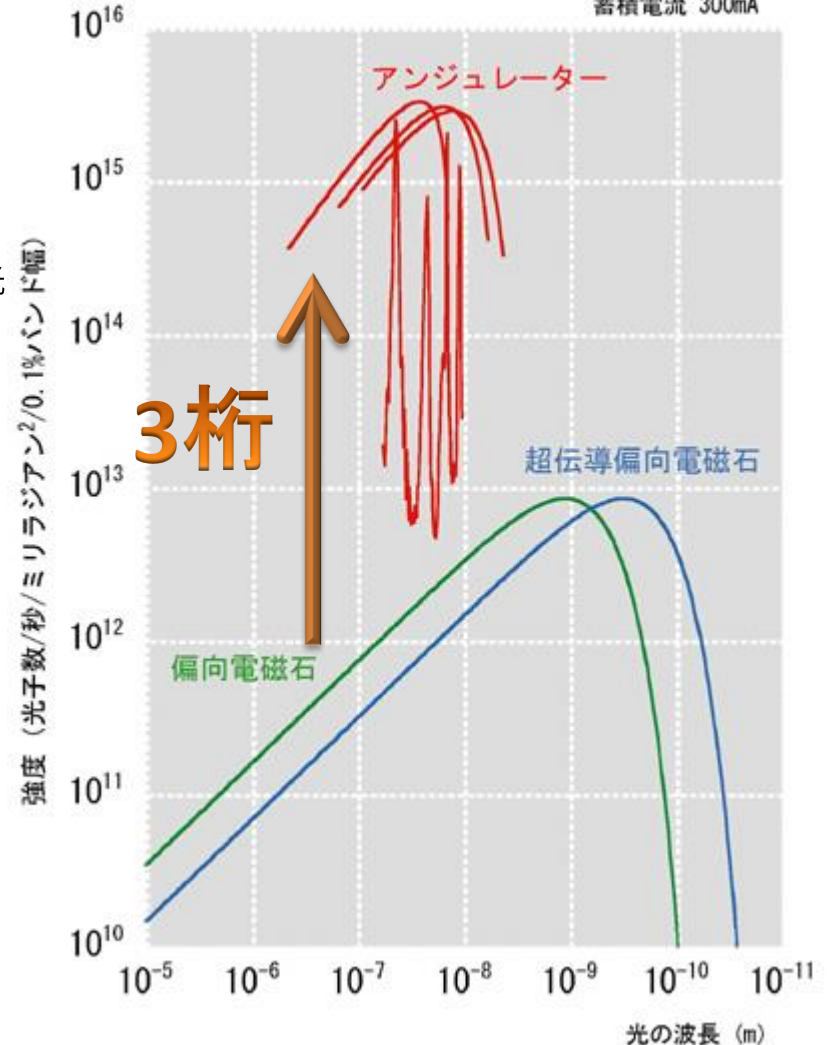
AichiSR



- ❁ 交互に並べた磁石列により電子の軌道を蛇行させると強度が大きく増大する。
- ❁ 強度を活かした高分解能実験が可能
- ❁ 磁石列の幅を変えることでピークエネルギーを変化させることができる。

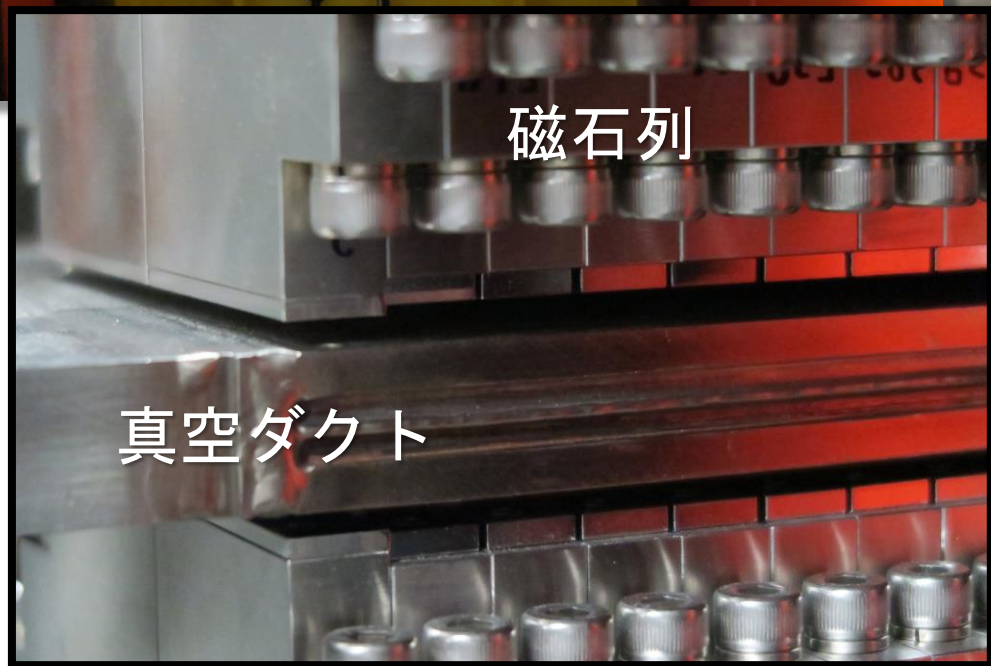
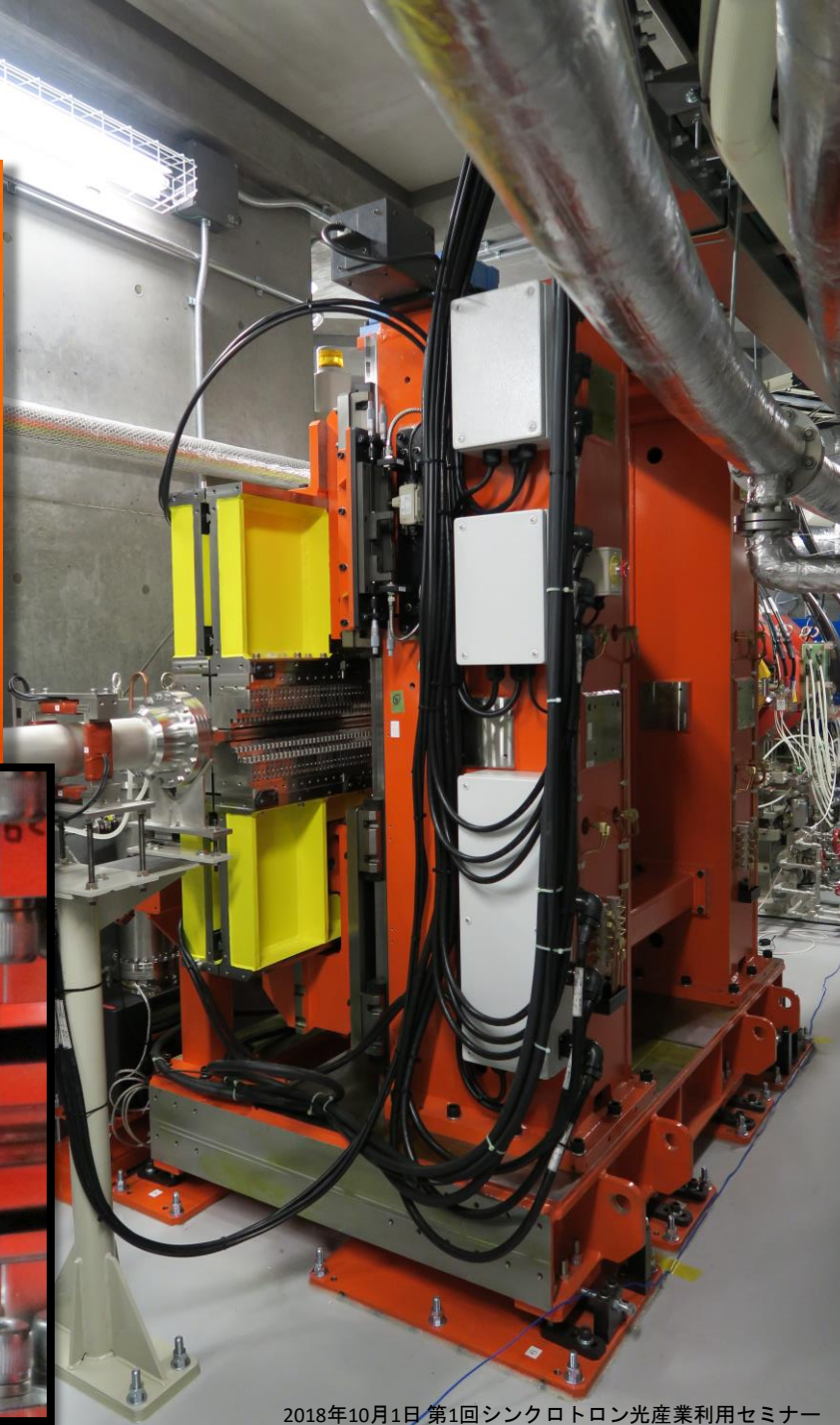
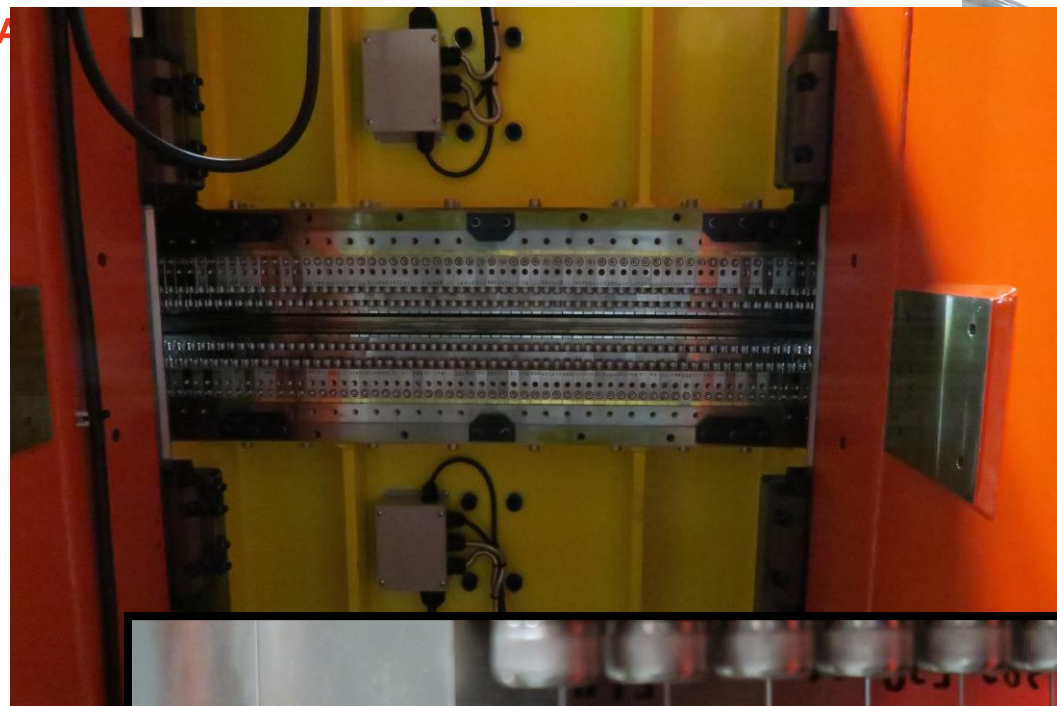
小型シンクロトロン光源のスペクトル

蓄積電流 300mA





アンジュレータ

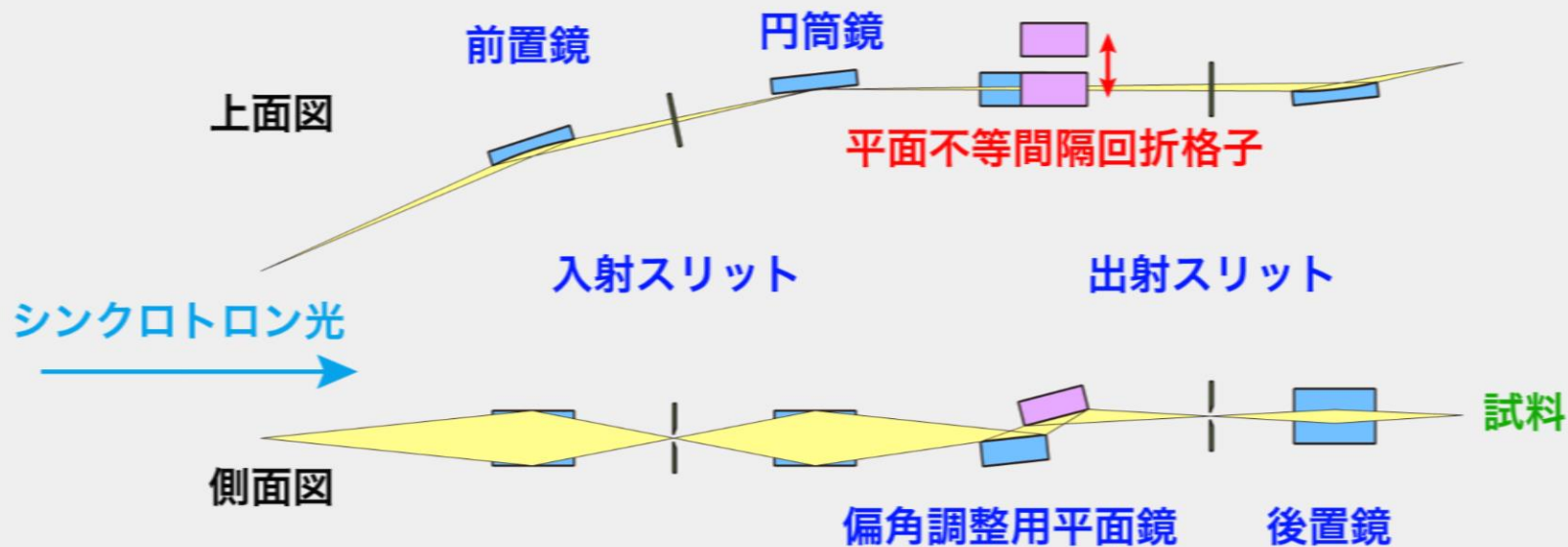




分光器

AichiSR

可変偏角平面不等間隔回折格子分光器



あいちSRで最も低エネルギー

エネルギー領域

32~1,000eV

回折格子

300本/mm

1,000本/mm





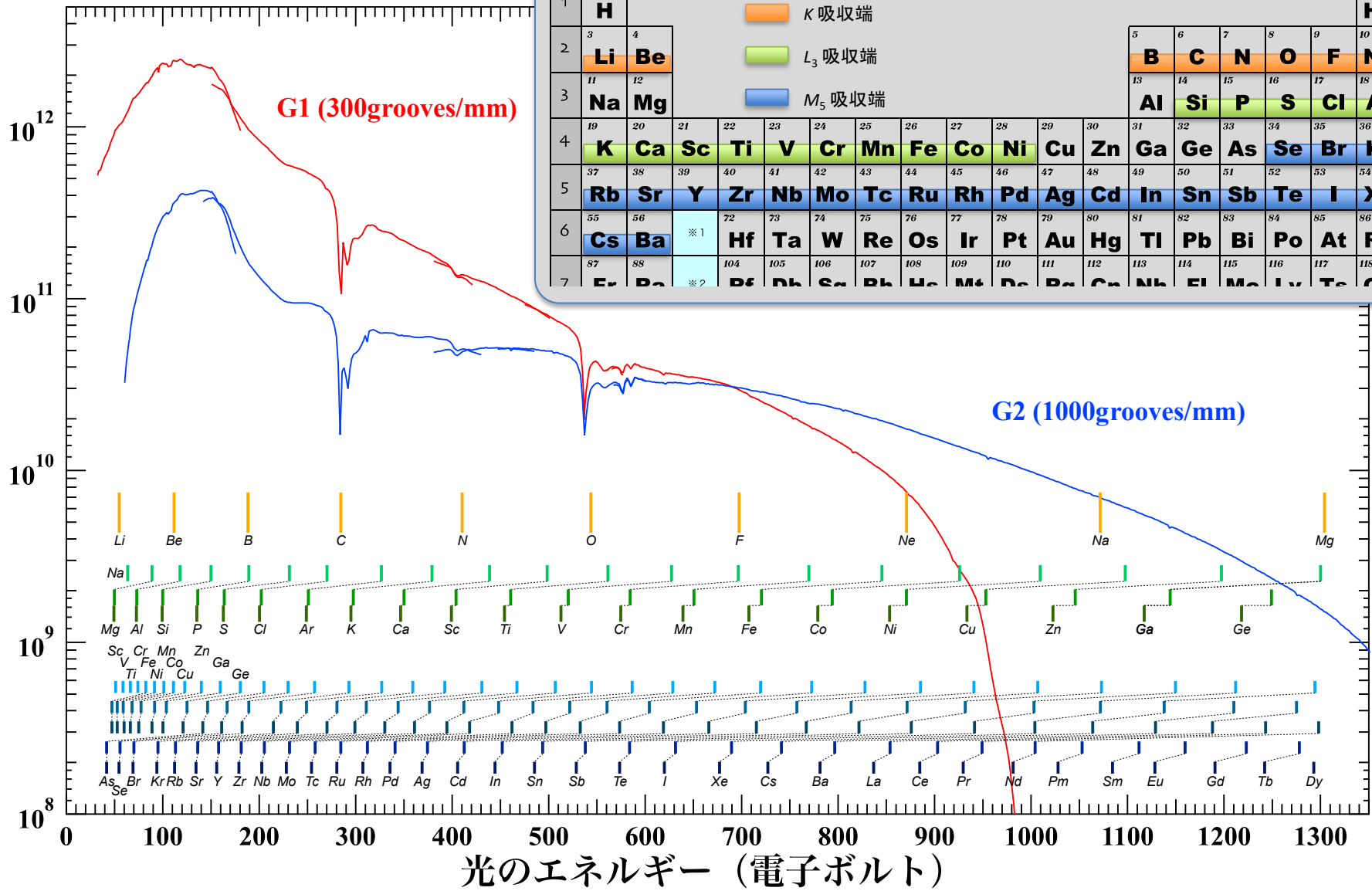
7Uで利用可能なエネルギー範囲

AichiSR

1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	H																	He
2	Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
3	Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
4	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
5	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
6	Cs	Ba	※1	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
7	Fr	Ra	※2	Rf	Db	Sg	Bh	Hc	Mt	Ds	Rg	Cn	Nh	Fl	Mc	Lv	Ts	Og

■ K 吸収端
■ L₃ 吸収端
■ M₅ 吸収端

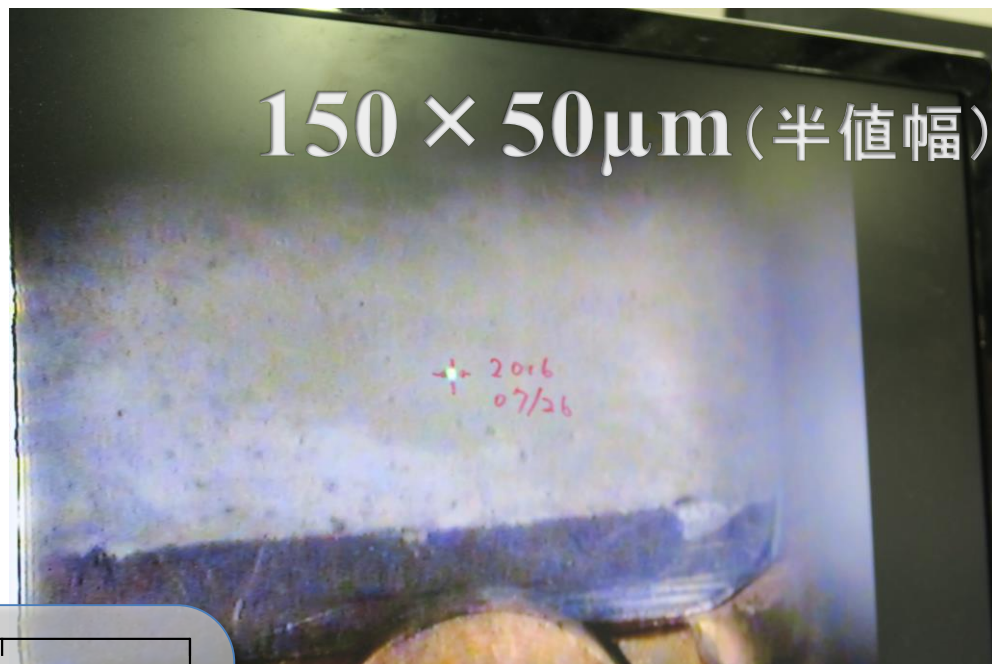
光の強度 (光子数/秒)



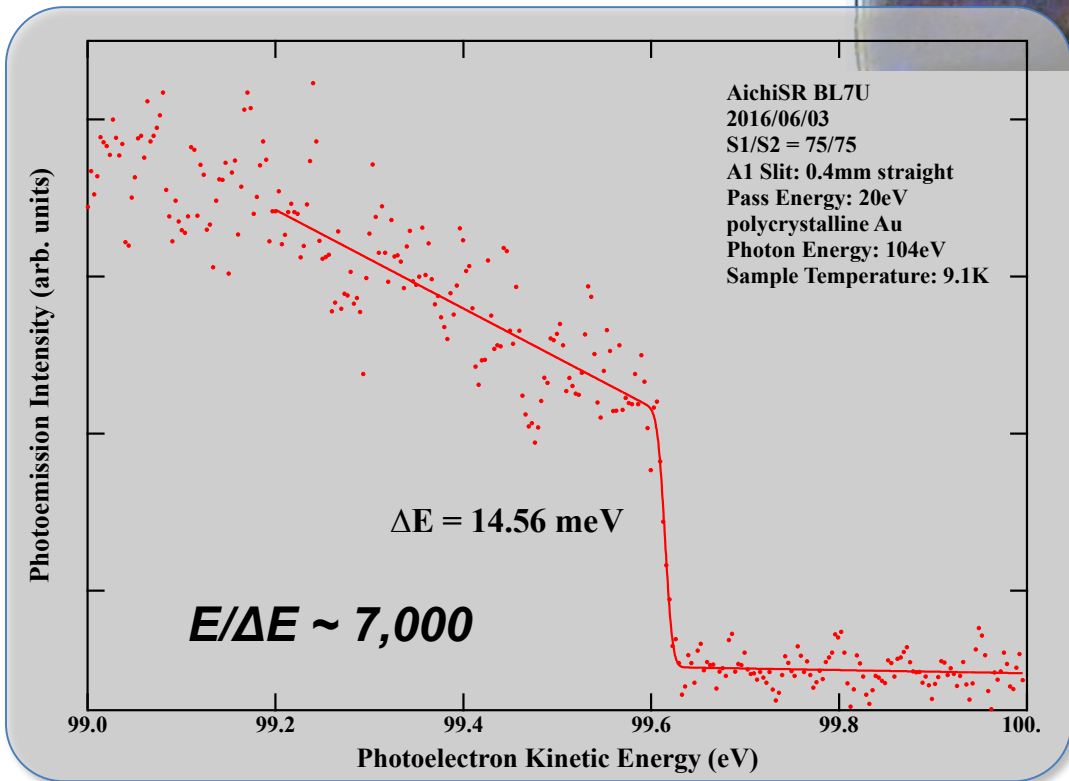


AichiSR

エネルギー分解能

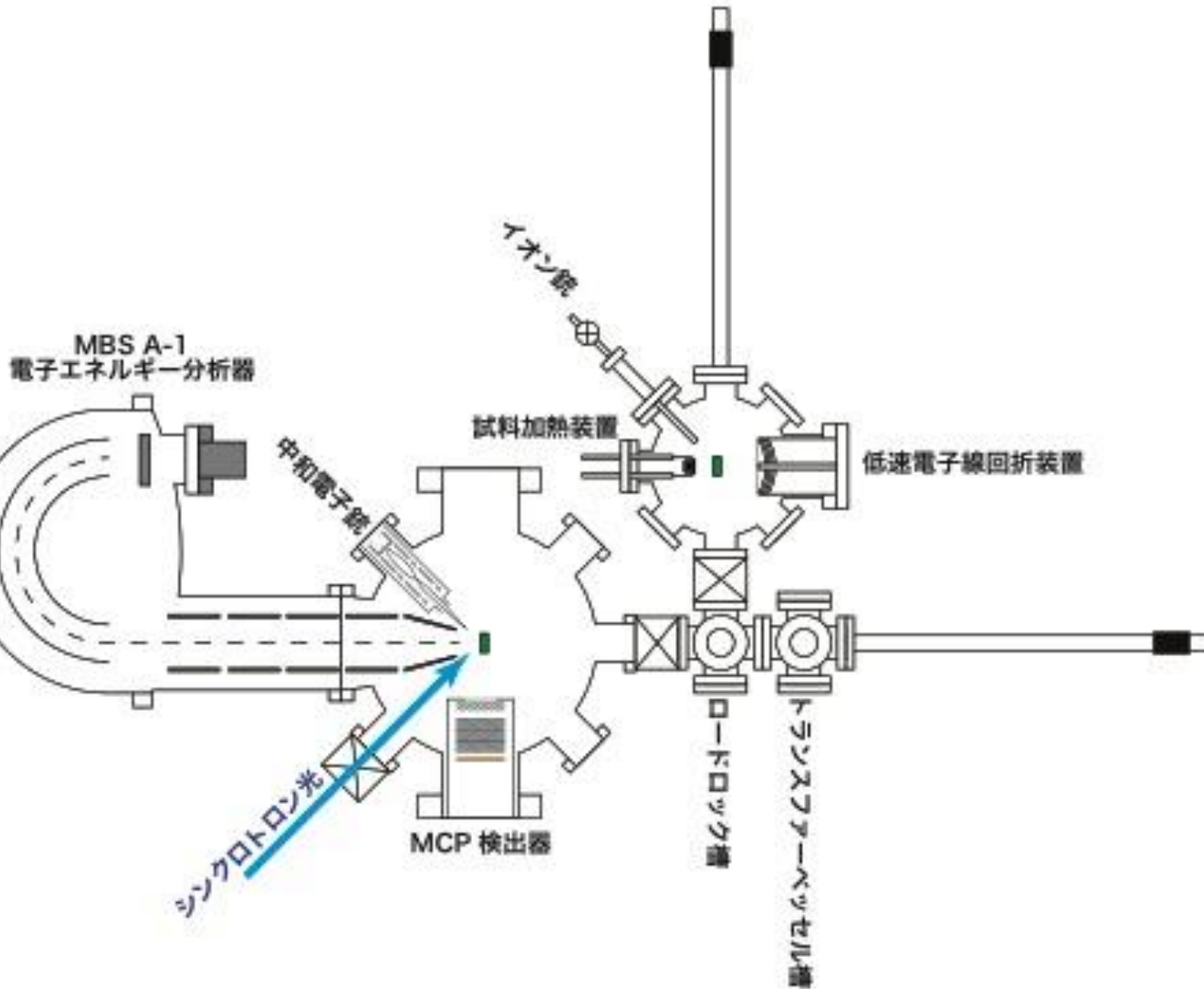
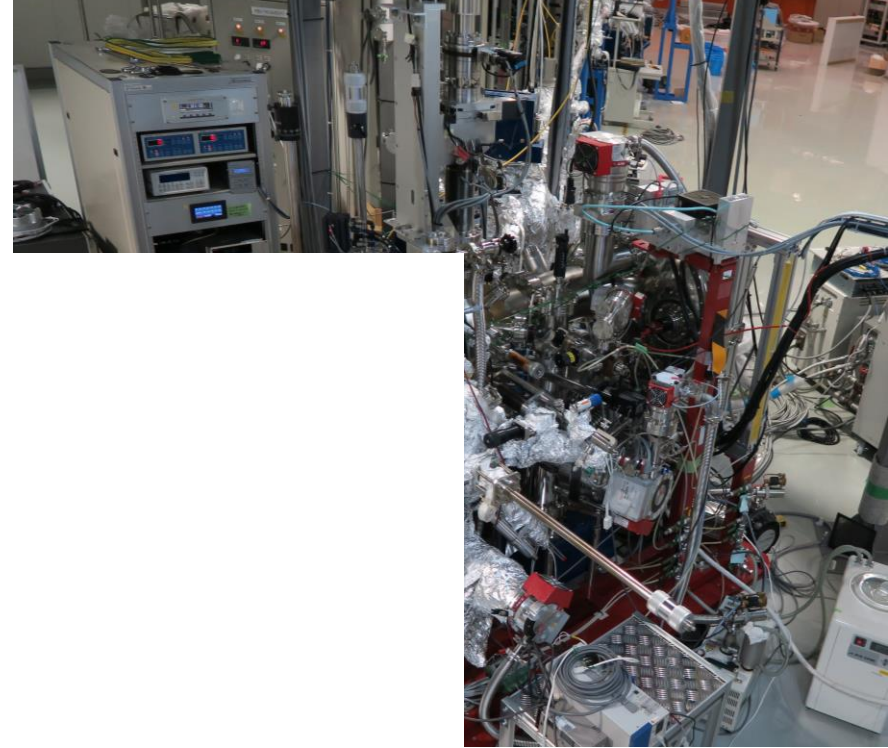


スポットサイズ





観測装置





AichiSR

可能な測定法

光電子分光 (PES)

内殻光電子分光 (XPS)

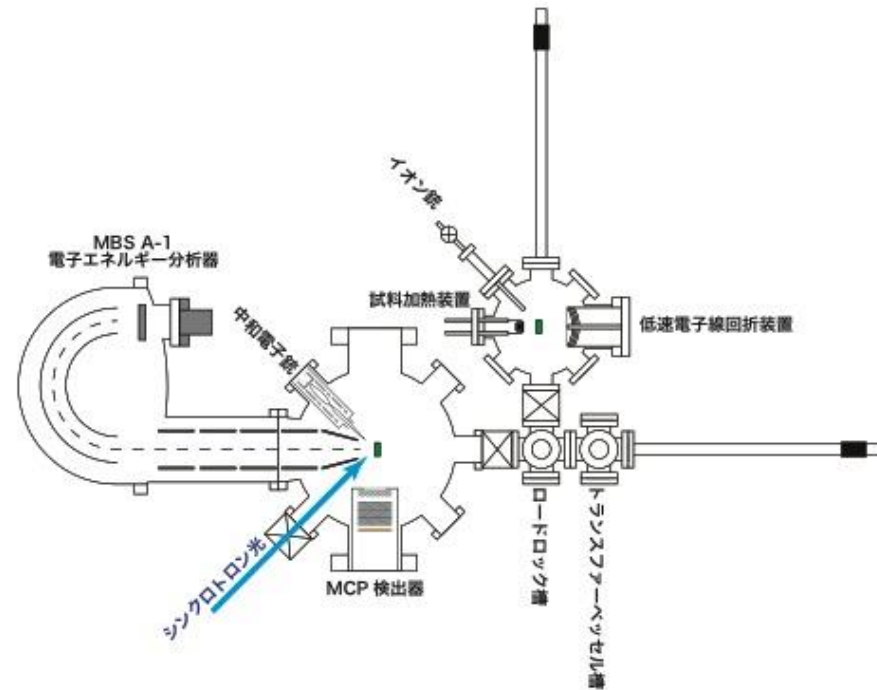
価電子帯光電子分光

化学状態・電子状態の分析

角度分解測定

価電子帯 (ARPES) : エネルギーバンド分散の観測

内殻 : 表面・界面状態の分析



軟X線吸収分光 (XAS, XAFS)

全電子収量法 (TEY)

試料電流による測定 表面敏感

部分電子収量法 (PEY), オージェ電子分光法 (AEY)

電子エネルギー分析器を併用 AEYは極表面

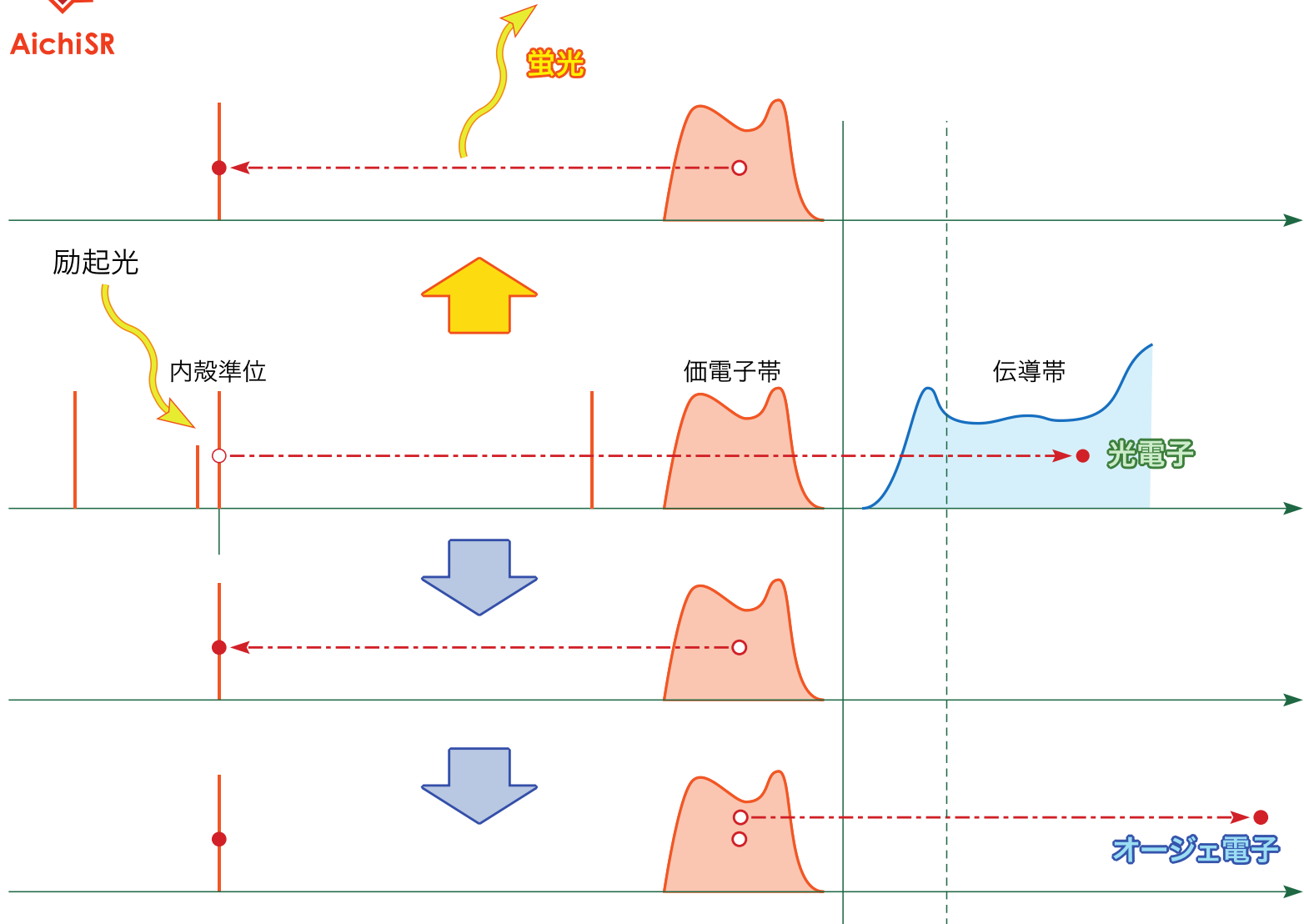
全蛍光収量法 (TFY)

MCP検出器による測定 バルク敏感



AichiSR

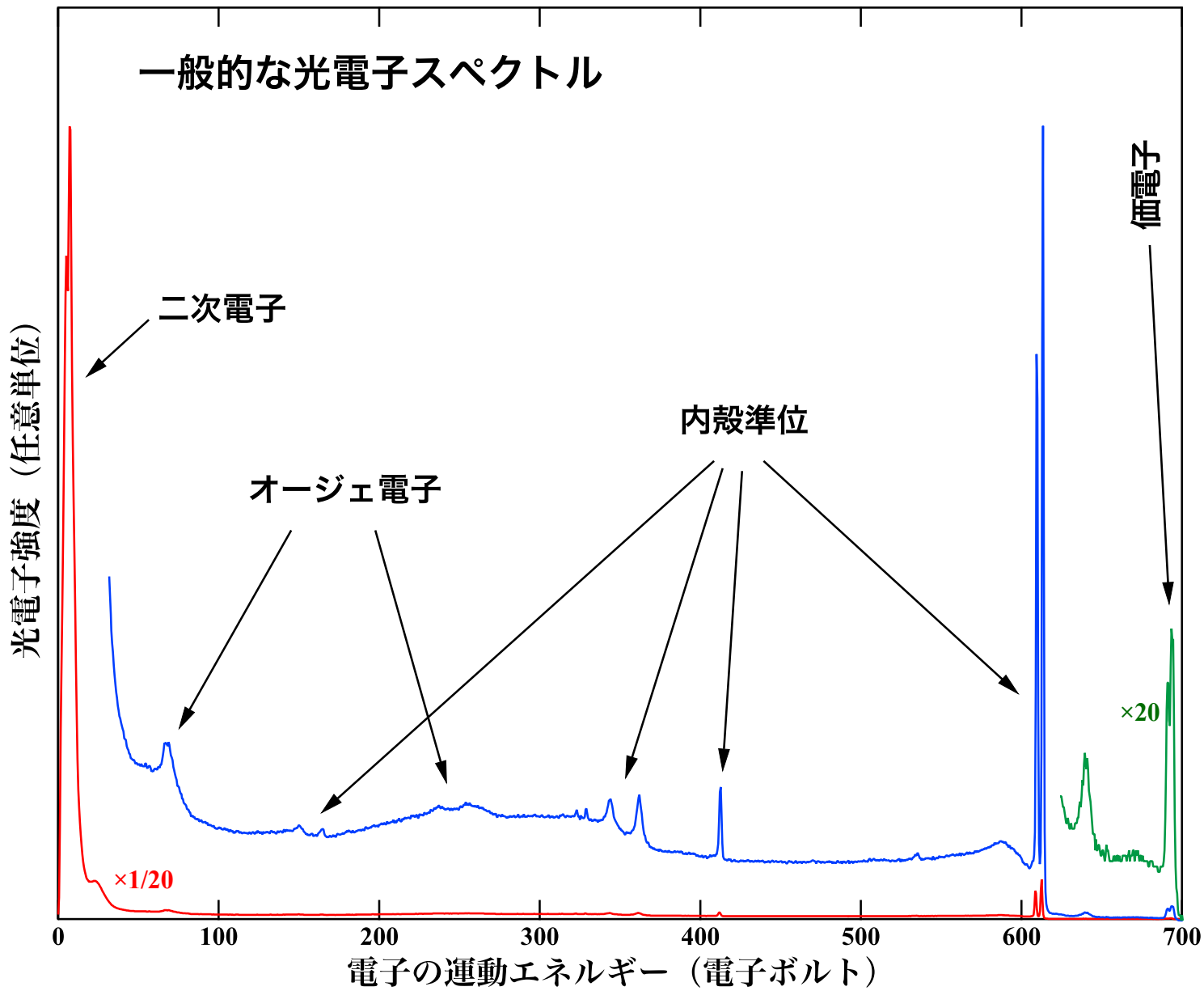
X線を照射すると...





AichiSR

一般的な光電子スペクトル

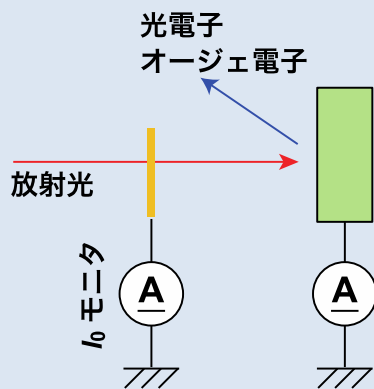




AichiSR

吸収分光測定

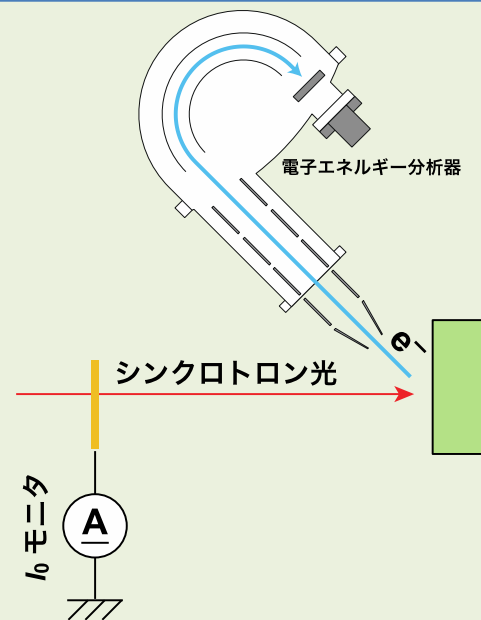
全電子収量 (TEY)



- 放出された電子を補う電流を測定
- 測定が容易
- 表面敏感
- 絶縁体は測定できない

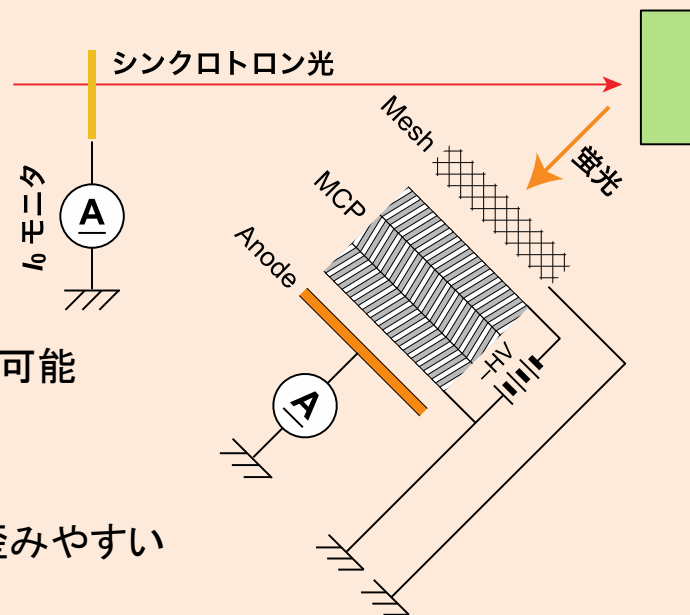
部分電子収量 (PEY) オージェ電子収量 (AEY)

- 特定の運動エネルギーの電子のみ測定
- TEYよりさらに表面敏感にできる
- 電子エネルギー分析器が必要
- 絶縁体は測定できない



全蛍光収量 (TFY)

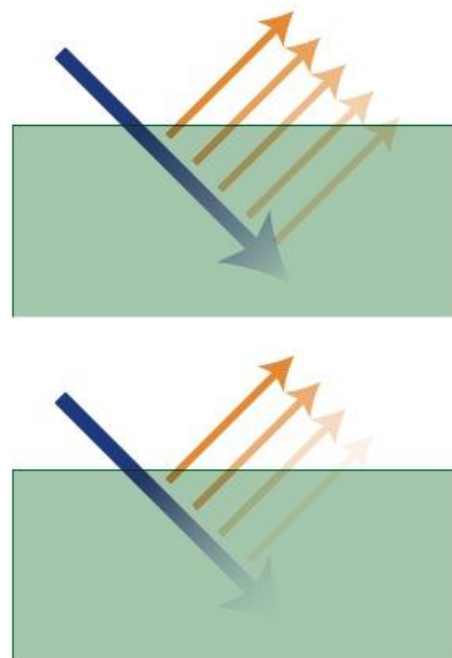
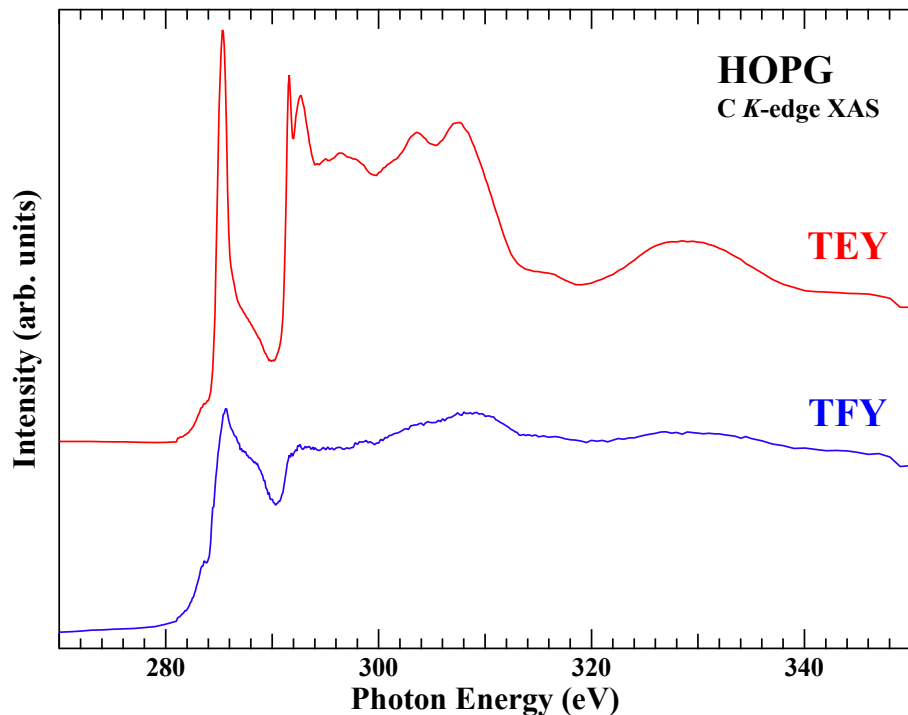
- 絶縁体が測定可能
- バルク敏感
- スペクトルが歪みやすい





自己吸収効果（侵入長効果）

AichiSR

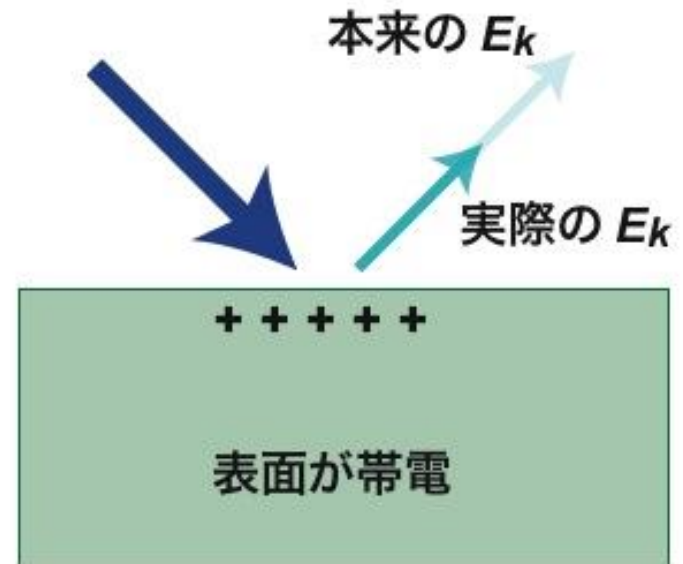
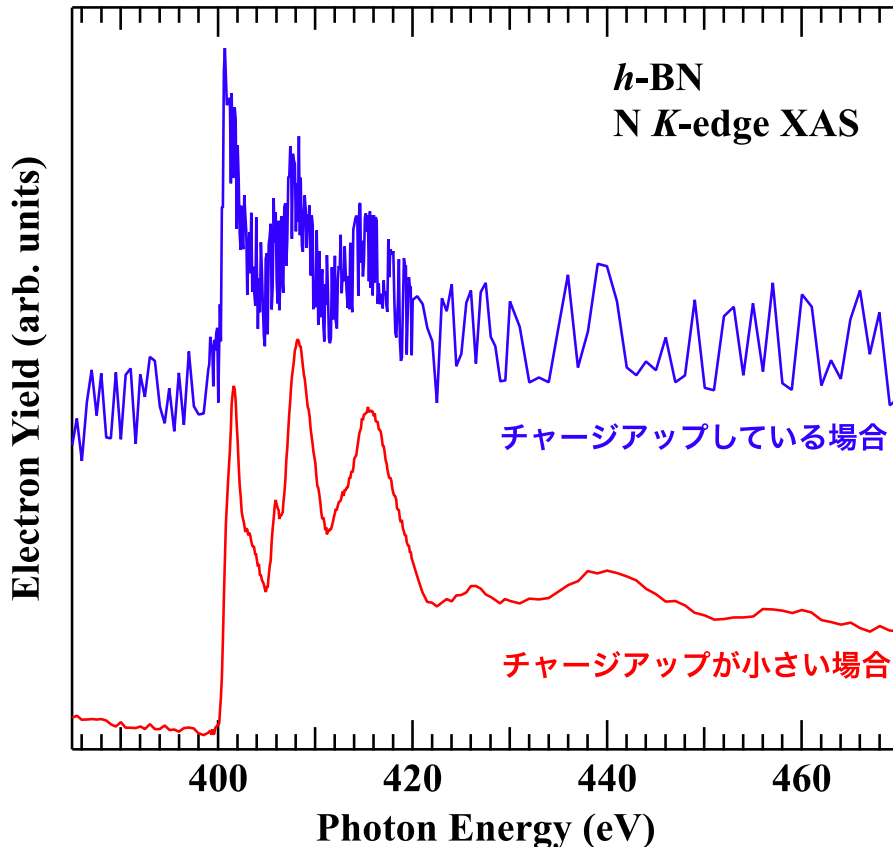


蛍光収量法(TFY)では、自己吸収効果によりスペクトルが歪みやすい。
吸収端付近では入射X線が強く吸収されるため、侵入長が短くなる。
⇒蛍光収量が小さくなる。



絶縁体の電子収量・光電子分光

AichiSR



試料の電気抵抗が大きいと、電子が放出されたことによる電荷が十分に補償されず、表面が帯電してしまう。

放出された電子はクーロン力により運動エネルギーの一部を失ってしまう。

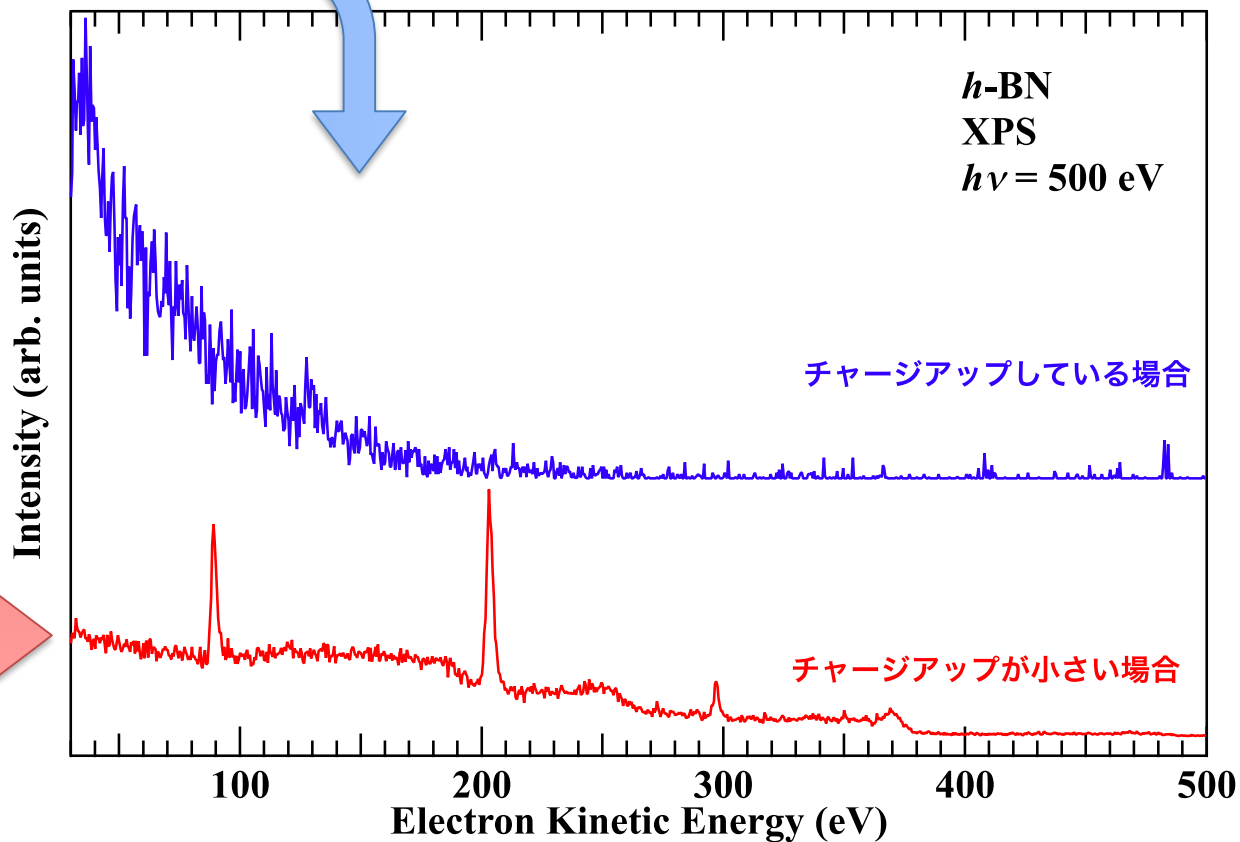
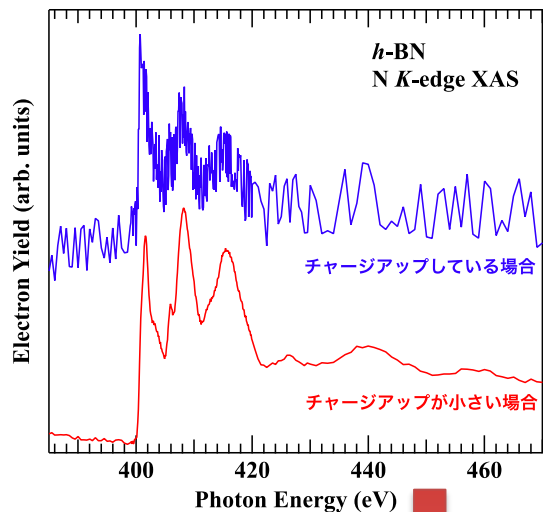


AichiSR

...その時のXPSは

チャージアップによって

- 運動エネルギーがシフトする
⇒電子収量が減少する
- 光エネルギーによってシフト量が変わる
⇒スペクトルが歪む

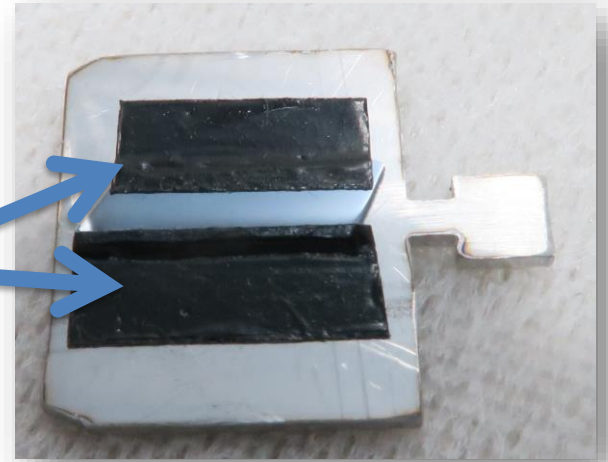




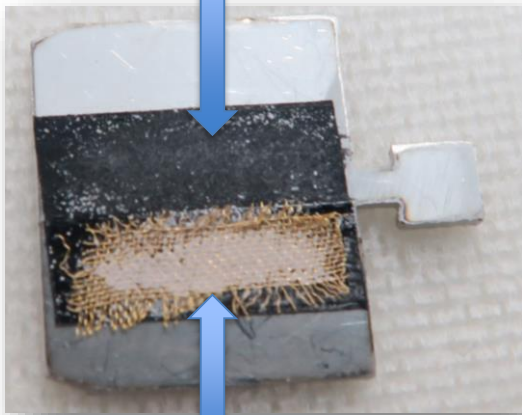
AichiSR

試料の帯電対策

ギリギリまで導電性
テープで囲む

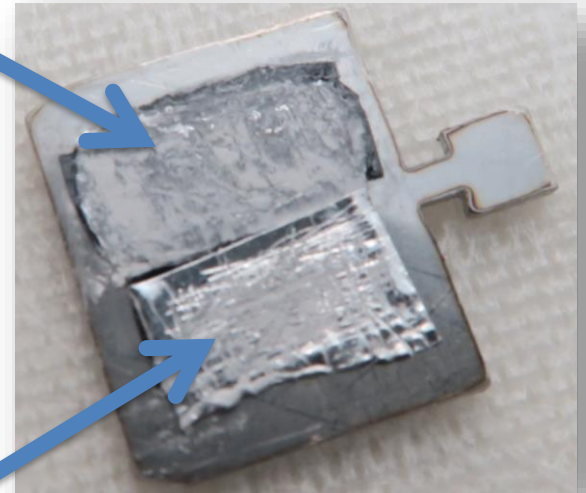


導電性両面テープ上
に薄く均一に塗る



金属メッシュに擦り付ける

インジウムシート上
に押さえつける



インジウムシートに
傷を付けて埋め込む



AichiSR

測定配置による帯電対策

単位面積あたりの光量を減らす



射入射にすることにより単位面積あたりの光量を減らす

後置集光鏡のアライメントをずらして光をぼかす

分光器スリットを調整して光量を減らす

シンクロトロン光

側面図

入射スリット

出射スリット

偏角調整用平面鏡

後置鏡

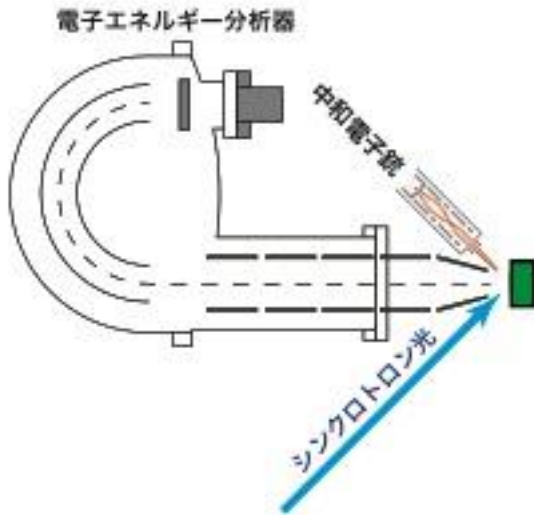
試料



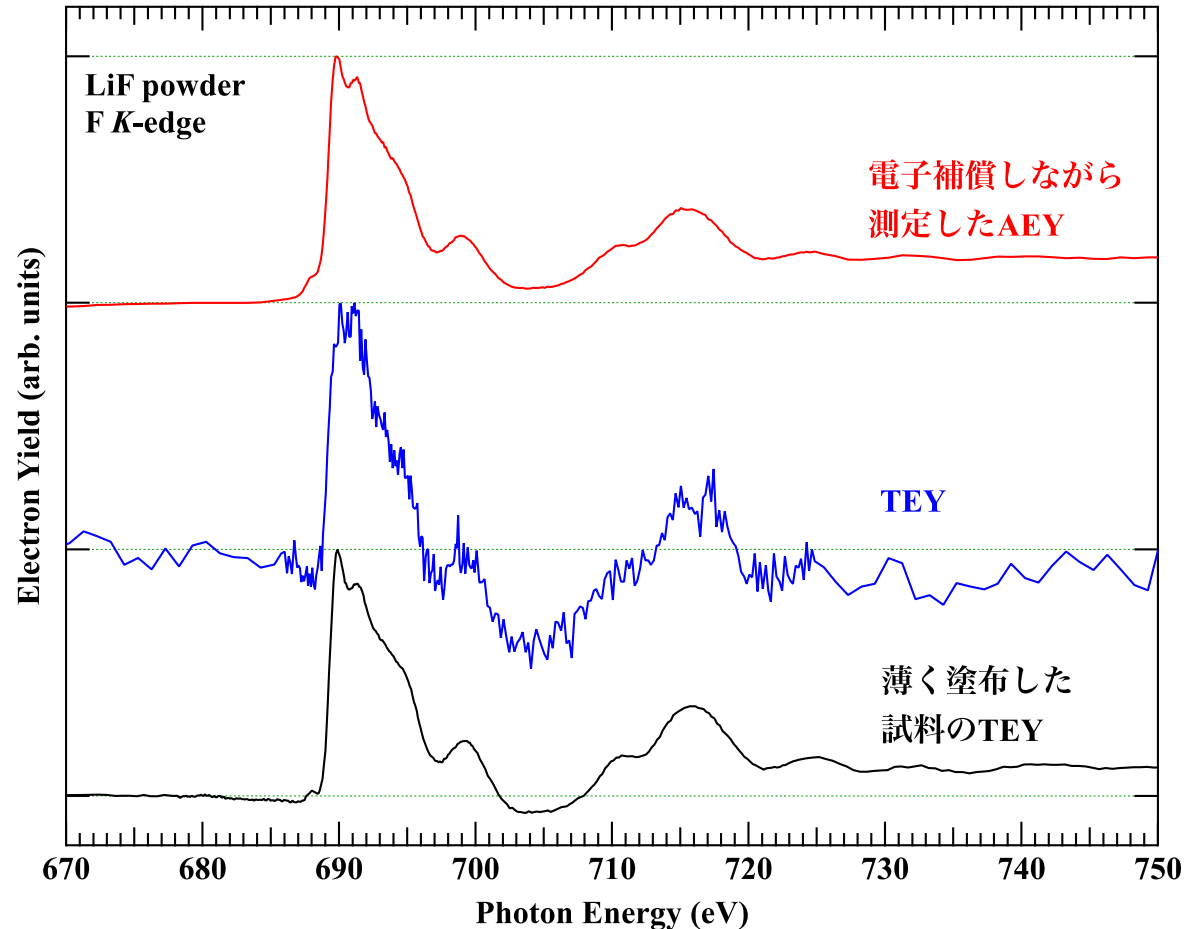
AichiSR

測定法による帯電対策

電子線照射



電子線を照射することにより帯電補正を行い、
オージェ電子収量を測定
(全電子収量は測定不可)

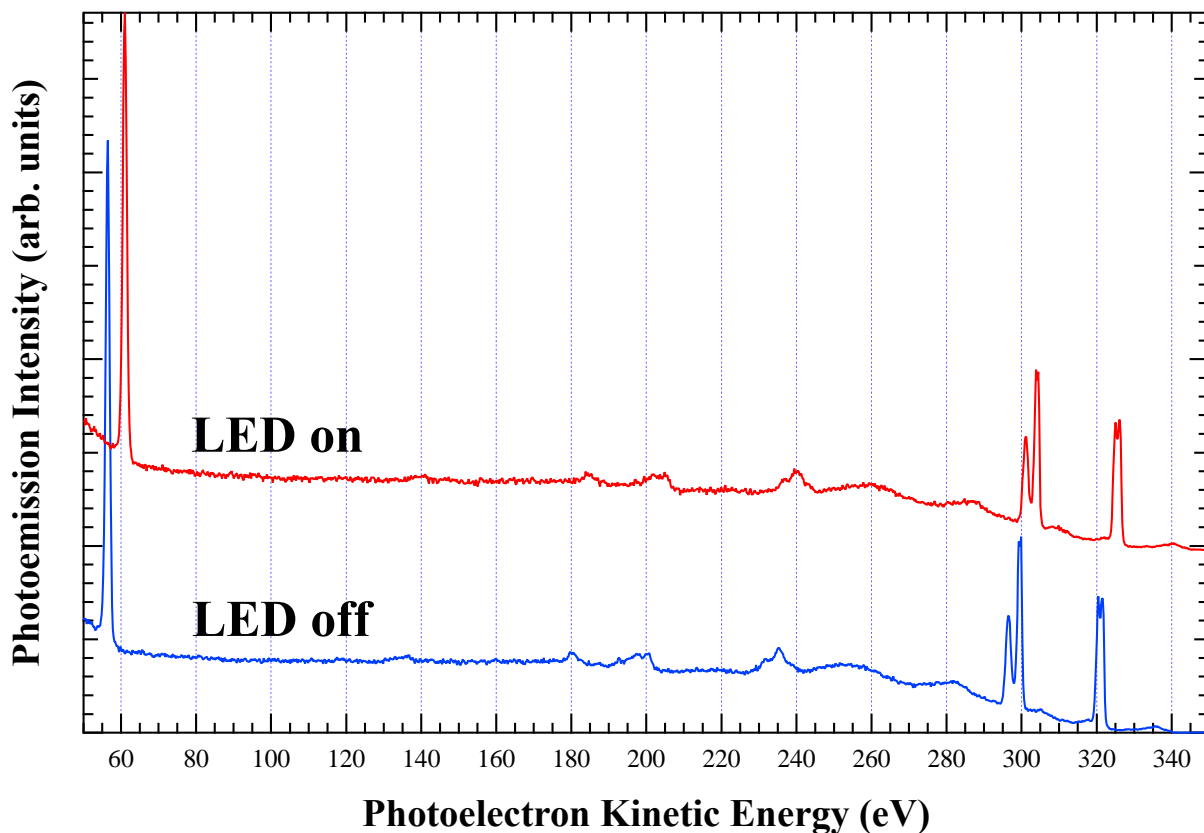




AichiSR

測定法による帯電対策

紫外光照射



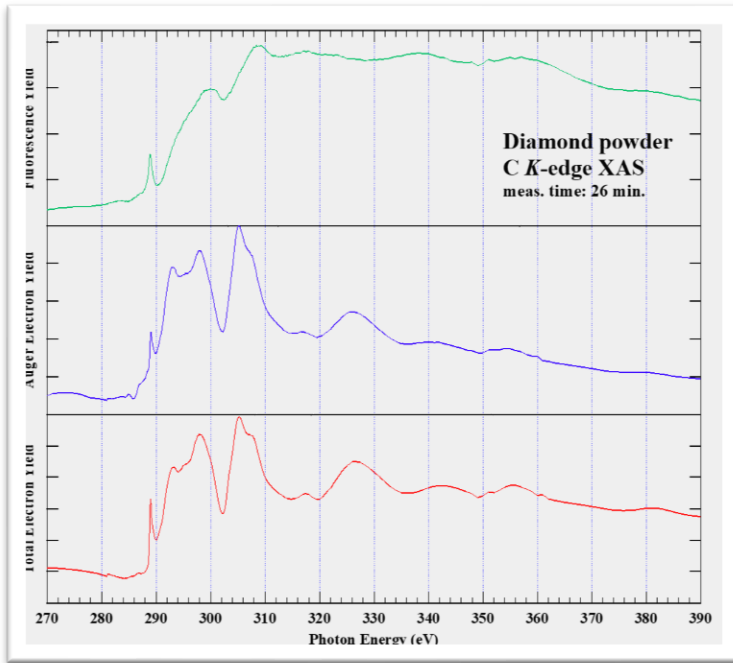
紫外光を照射すると、内部光電効果で励起された電子により帯電が緩和される。



AichiSR

測定例

ダイヤモンド粉末 C K-edge



窒化ホウ素 B K-edge

シリコン自然酸化膜 Si L_{2,3}-edge

