

薄膜X線回折ビームライン BL8S1の紹介

スプリングエイトサービス株式会社
山本 健一郎

概要

BL8S1は、超伝導偏向電磁石光源により光が導入され、ベントプレーンミラー、非対称ヨハン型分光器の光学系からなるビームラインである。回折計はリガク製 SmartLabのシンクロトン光仕様の改造機が整備されている。すれすれ入射条件を利用した薄膜評価や半導体薄膜の結晶性評価、X線反射率測定による薄膜評価、構造変化の解析、応力測定などが行える。

ビームライン

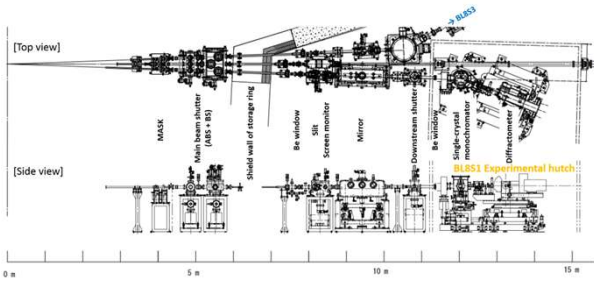


図1:ビームラインのレイアウト

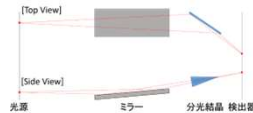


図2:光学系模式図



図3:分光結晶

表1: 試料位置でのX線

エネルギー(keV)	9.15	14.37	22.7
光子数(Photons/sec)	3×10^{10}	1.5×10^{10}	3×10^9
エネルギー分解能(E/ΔE)	> 2000		
ビームサイズ	H 0.5mm × V 0.2mm		
分光結晶	Si 1 1 1	Ge 2 2 0	Ge 4 0 0
ミラー	Pt-coated, 3.5mrad		

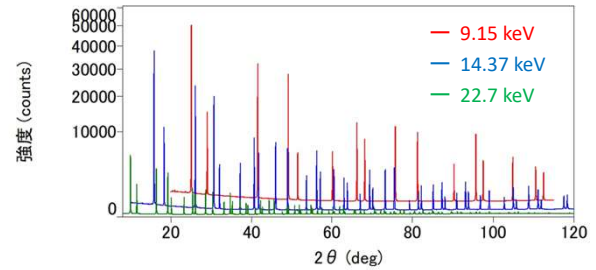
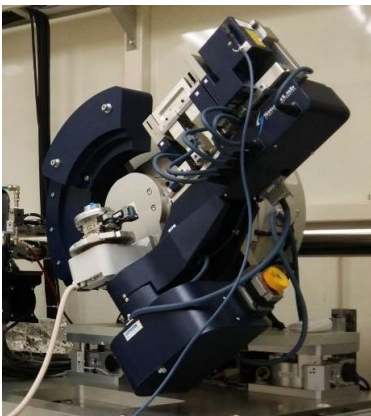


図4: CeO₂ 粉末回折プロファイル(縦軸平方根表示) 検出器PILATUS 100K、スキャン速度 10deg./min.

ビームラインのレイアウトを図1に示す。光源は超伝導偏向電磁石で、主な光学素子はプラチナコートしたベントプレーンミラーと非対称カット分光結晶を用いたヨハン型分光器である。図2に示すようにビームの縦方向はミラー、横方向は分光結晶を用いて、検出器位置が焦点になるように集光している。使用する分光結晶(図3)を切り替えることでエネルギーを変更しており、9.15keV、14.37keV、22.7keVの3つが選択できる。

表1に実験ハッチ内のスリットを全開にした場合の試料位置でのX線のフラックス、エネルギー分解能、ビームサイズを示す。各エネルギーで測定したCeO₂粉末の回折プロファイルを図4に示す。グラフはバックグラウンドの差を強調するために縦軸が平方根表示になっている。低エネルギーの方が高フラックスであるが、高エネルギーでは空気散乱のバックグラウンドが低く、広いQ-rangeの観測が出来る。

測定装置



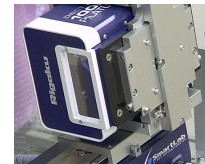
リガク製SmartLab回折計(放射光仕様)



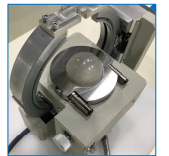
シンチレーションカウンタ



PILATUS 100K(横配置)



PILATUS 100K(縦配置)



雰囲気セパレータ (ガス雰囲気、室温)



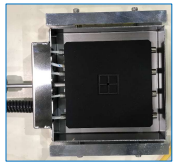
RxRyステージ



χφステージ



XYステージ



ウエハホットチャック (大気中、室温~300°C)

測定例

X線残留応力測定

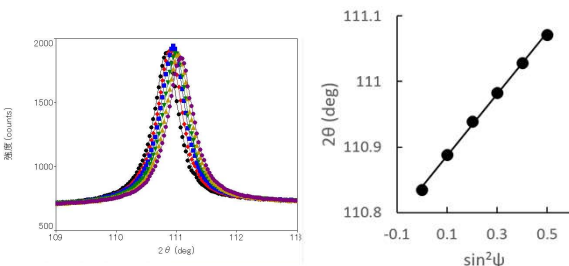


図: sin²ψ法測定データ(左)と2θ-sin²ψ線図(右)
試料: S45C材、測定エネルギー: 14.37keV、回折面: (5 2 1)
475 ± 15 MPa(面内圧縮応力)
ψ角が大きくなるにつれてピーク位置が高角へシフト(面間隔が小さくなっている)している

高温回折測定

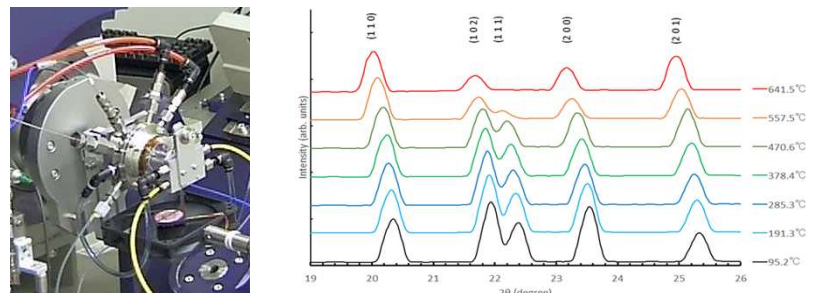


図: 試料加熱セル(ガス雰囲気、室温~900°C)(左)と石英(SiO₂)の高温回折プロファイル(右) セラミックヒーターにより板状試料の温度制御反射型回折測定が可能。測定例として載せた石英は約573°Cで低温型のα相(trigonal)から高温型のβ相(hexagonal)へ転移を起こす。各温度の回折プロファイルを比較すると、熱膨張によるピークの低角側へのシフトと転移温度付近での構造変化に伴う回折強度の変化が観測されている。