



微小試料の軟 X 線分光および光電子分光測定

曾田一雄^{1,2,3}, 加藤大貴¹, 駒淵 舞¹, 加藤政彦¹,
丹羽健¹, 白子雄一¹, 長谷川正¹, 仲武昌史³
¹名大院工, ²名大 SR, ³AichiSR

1. 背景と研究目的

これまで窒化しないとされていた白金族元素 M が超高压高温下で超臨界窒素流体と直接反応して多窒化物 MN_2 を形成することが分かった[1]。しかし、ダイヤモンドアンビルセル内で合成される試料は約0.1 mmと小さく、評価法が限られている。本研究では、微小試料の化学状態と電子構造について評価するため、真空紫外線・軟X線領域における光電子分光(PES)とX線吸収分光(XAS)の測定法を開発した。

2. 実験内容

測定は、図1に示す新規に開発した試料保持法を用いてあいちシンクロトロン光センターBL7Uで室温にて行った。現時点で本ビームラインの試料位置における励起光サイズは、おおよそ水平方向0.15 mm、垂直方向 0.05 mmである。本手法ではAu線のAu 4f光電子信号を手掛かりに試料位置を調整し、PESスペクトルおよび全電子収量法とオージェ電子収量法でXASスペクトルを得た。

3. 結果および考察

図1のPtN₂試料を位置分解モードで測定したPt 4f内殻準位スペクトルを図2に示す。灰色実線および黒色の点は、励起光子エネルギー $h\nu=750$ eVで測定した、それぞれ全強度分布および最大強度の位置における信号分布（強度を10倍して表示した）である。硬X線 ($h\nu=7940.1$ eV) を用いた SPring-8 BL47XU における角度分解マイクロビーム硬X線PES測定（黒色実線）と比較すると、積分強度で約5倍の信号強度が得られることが分かった。試料からの信号は半値幅で255に位置分割した中の約5チャンネルに集中しており、これが垂直方向の試料あるいは励起光のサイズの小さい方であるため、ほぼ0.05 mmに対応すると思われる。試料のPt 4fスペクトルには、未反応のPt金属から大きく化学シフトしたPtN₂成分が見られる。また、現時点で保持材のAuの信号が見られるが、高解像度CCDを用いると、位置分解能を高くでき、試料のみのスペクトルが得られるだろう。

4. 参考文献

1. J. Zaanen *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **55** (1985) 418.
2. J. Kunes *et al.*, *Phys. Rev. B* **81** (2010) 035122.

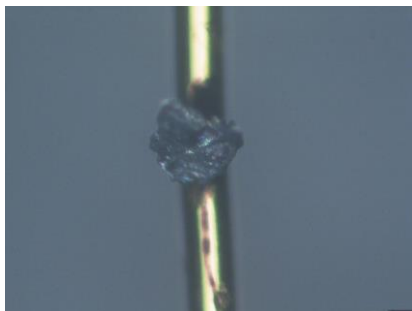


図1. ϕ 0.05 mm の Au 線上の PtN₂ 試料.

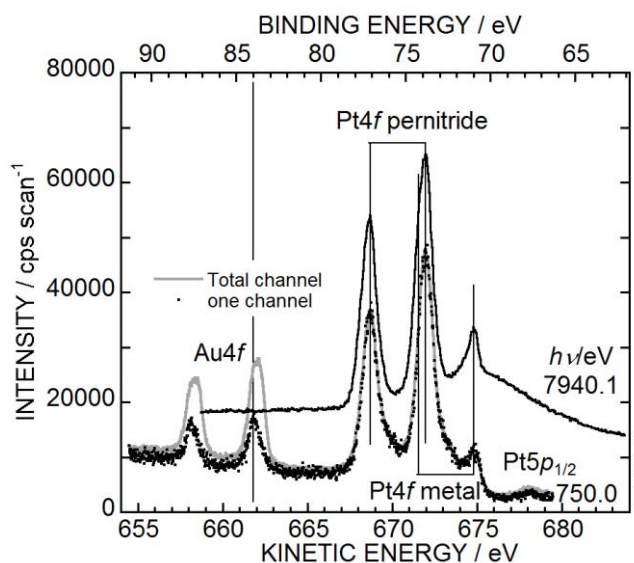


図2. PtN₂ の Pt4f スペクトルの比較