

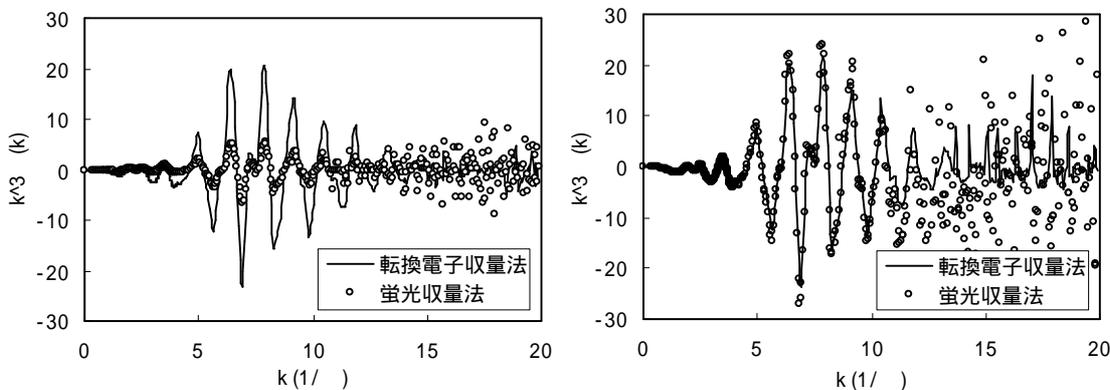
薄膜・微量元素の XAFS 測定における 転換電子収量法と蛍光収量法の比較

野中敬正¹、河瀬和雅²、尾崎伸司³、堂前和彦¹、竹村モモ子⁴、三上朗⁵、米山明男⁶、上村重明⁷、
¹豊田中研、²三菱電機、³松下テクノロジー、⁴東芝、⁵三洋電機、⁶日立、⁷SES

実用材料においては、ガラス基板上に蒸着した薄膜あるいは数 cm 角の金属片などのように透過法 XAFS では測定不可能な試料が多く存在する。こうした試料に対しては一般的に蛍光 X 線収量法が適用されるが、蛍光収量から良好な EXAFS スペクトルが得られる条件(“濃度が低くて厚い試料”または“濃度が高くて薄い試料”)を満たさないケースも多々ある。そこで、SPring-8 産業界専用ビームライン BL16B2^{注)}では、これらの試料においても XAFS 測定が可能なるヘリウム置換型転換電子収量法検出器を新たに導入した。ヘリウム置換型転換電子収量法は、X 線を吸収した試料から放出されるオージェ電子と、その電子によってイオン化されたヘリウムイオンを試料上下に配置した電極によって捕集するものである。従って、分析深さはオージェ電子脱出深さにほぼ相当し(数 10 ~ 数 100nm) 蛍光収量法で問題となる自己吸収効果がほとんど起こらないためバルク状の試料でも良好なスペクトルが得られる。

本実験では、新規導入した転換電子収量法検出器の諸特性を調査するため、様々な試料における転換電子収量法とライトル検出器を用いた蛍光収量法の比較検討を行った。図 1 に銅のバルク片(厚さ 5mm)の Cu-K 吸収端 EXAFS スペクトルを示す。蛍光収量法では自己吸収効果により振動が減少しているのに対して、転換電子収量法では十分な振動強度が得られている。図 2 に厚さ 300nm の銅薄膜の EXAF スペクトルを示す。このような薄膜試料に対しても転換電子収量法は適用可能であり、ライトル検出器よりも良質なスペクトルが得られる場合があることがわかった。放出オージェ電子を見込む立体角が大きいこととヘリウムイオン化による電流増幅作用の存在が、ライトル検出器以上の S/N の実現に寄与していると思われる。また、オージェ電子放出確率が減少すると考えられる高エネルギー領域での比較検討を、セリア粉末の Ce-K 吸収端(40.4keV)を例として行った。その結果、こうした高エネルギー領域においてもライトル検出器に対して遜色ないスペクトルが得られることがわかった。

注)産業界専用 BL 共同体(神戸製鋼、三洋電機、住友電気、ソニー、関西電力、電力中央研究所、東芝豊田中央研究所、日本電気、日立製作所、富士通研究所、富士電機総合研究所、松下電器、三菱電機)により共同運用



薄膜・微量元素XAFS測定に おける転換電子収量法と 蛍光収量法の比較

○野中敬正¹, 河瀬和雅², 尾崎伸司³, 堂前和彦¹,
竹村モモ子⁴, 三上朗⁵, 米山明男⁶, 上村重明⁷

¹豊田中研, ²三菱電機, ³松下テクニサーチ,
⁴東芝, ⁵三洋電機, ⁶日立, ⁷SES



背景・目的

- 実用材料においては透過法や蛍光収量法ではXAFS測定困難なケースが多々ある。(例 : ガラス基板上に蒸着した薄膜、数cm角の金属片)
- SPring-8産業界専用ビームラインBL16B2^{注)}では上記のような試料でも測定可能なヘリウム置換型転換電子収量法検出器を新たに導入した。
- 新規導入した転換電子収量法検出器の諸特性を評価するため様々な試料における転換電子収量法とライトレ検出器を用いた蛍光収量法の比較検討を行った。

注)産業界専用BL共同体 (神戸製鋼、三洋電機、住友電気、ソニー、関西電力、電力中央研究所、東芝豊田中央研究所、日本電気、日立製作所、富士通研究所、富士電機総合研究所、松下電器、三菱電機)により共同運用

ヘリウム置換型転換電子収量検出器

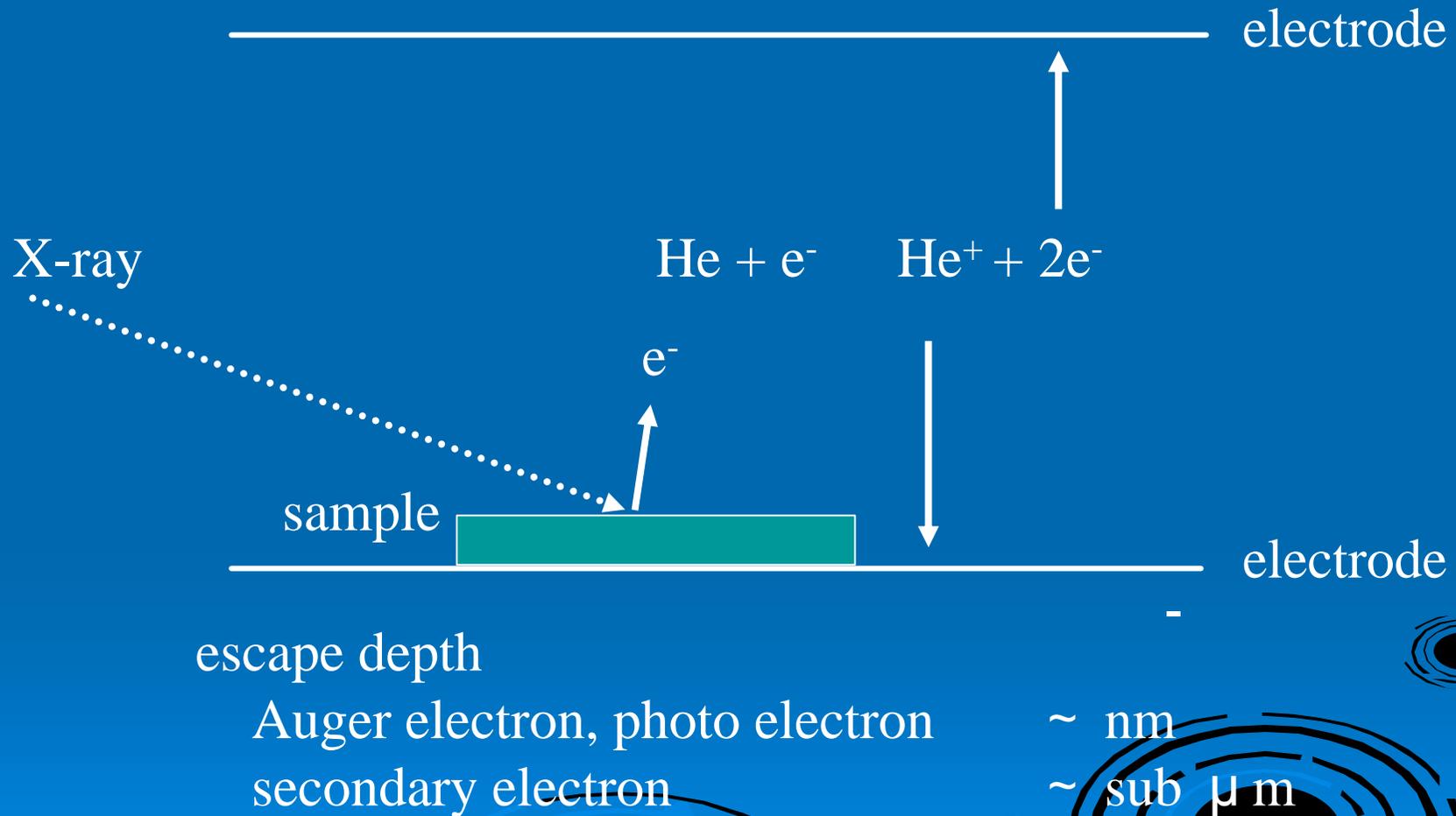


Fig.1 The principle of the CEY (conversion electron yield)

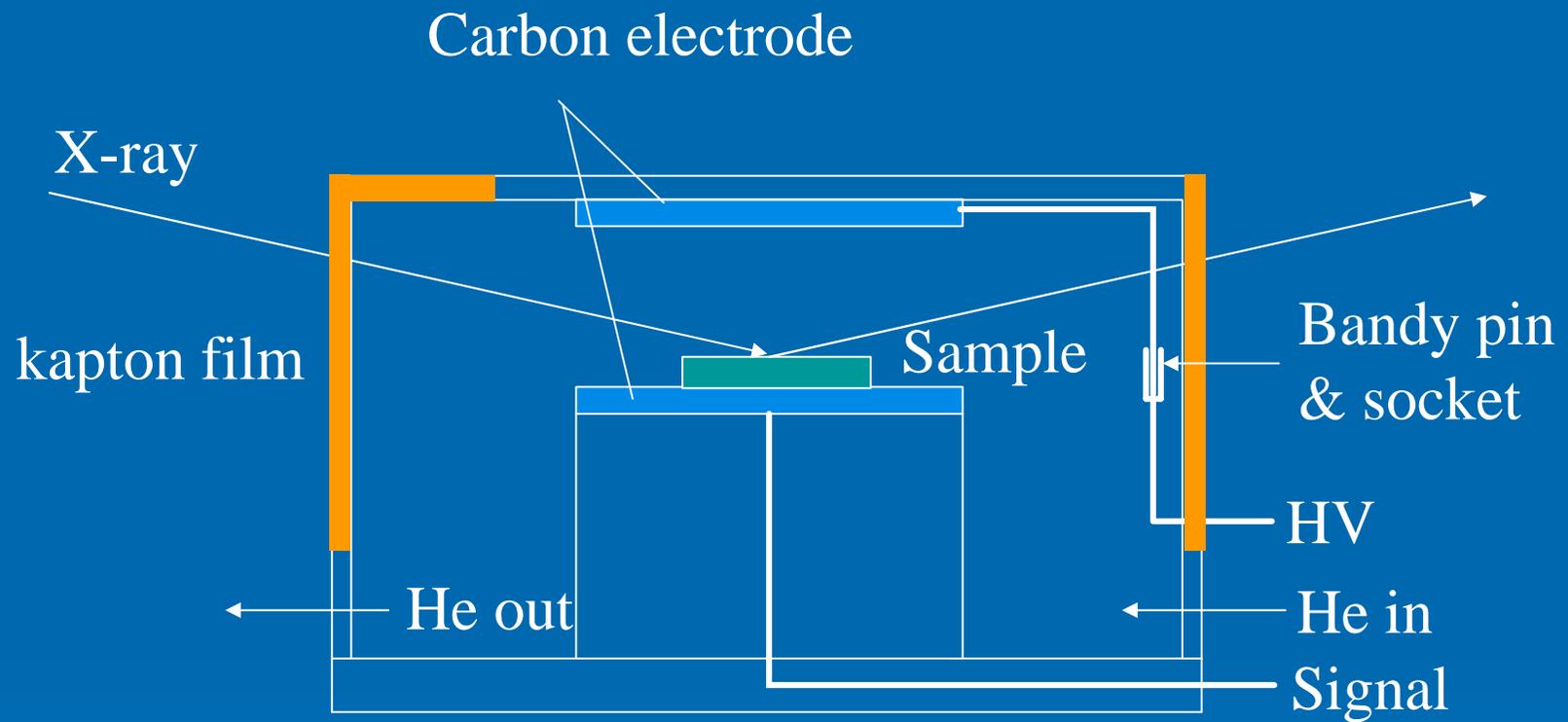


Fig.2 The structure of conversion electron yield detector

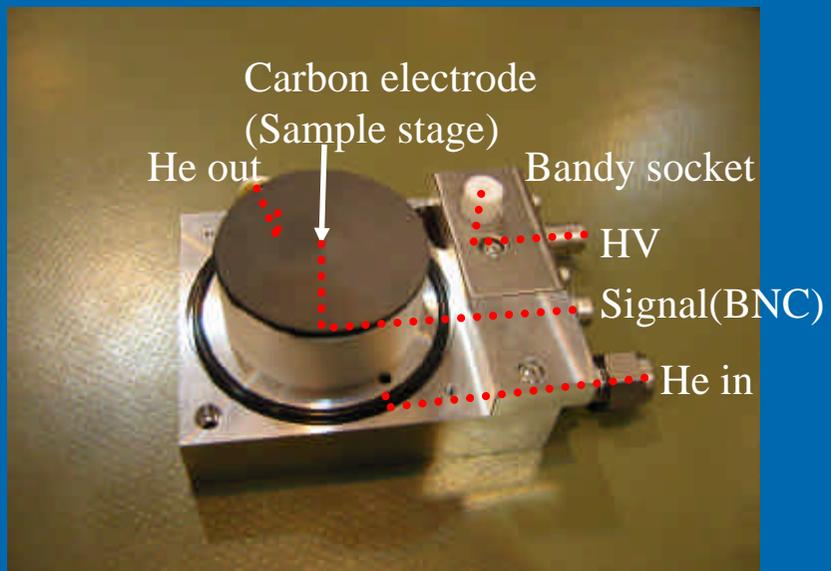


Fig.3 sample stage

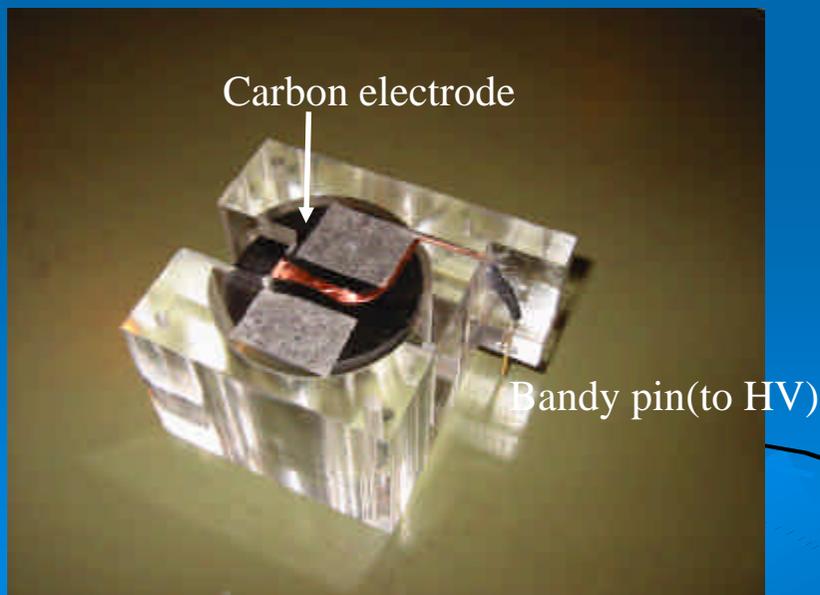


Fig.4 HV electrode

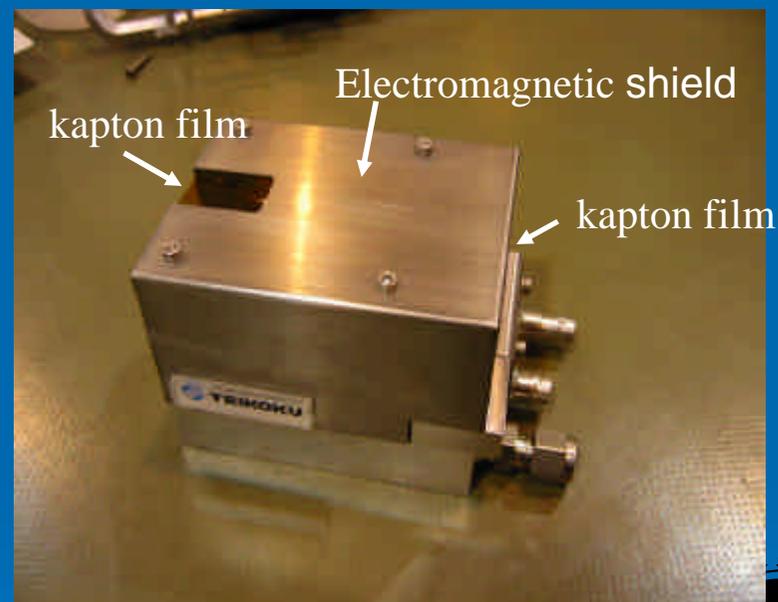


Fig.5 electromagnetic shield

比較 1 :Cuバルク片 (厚さ5mm)

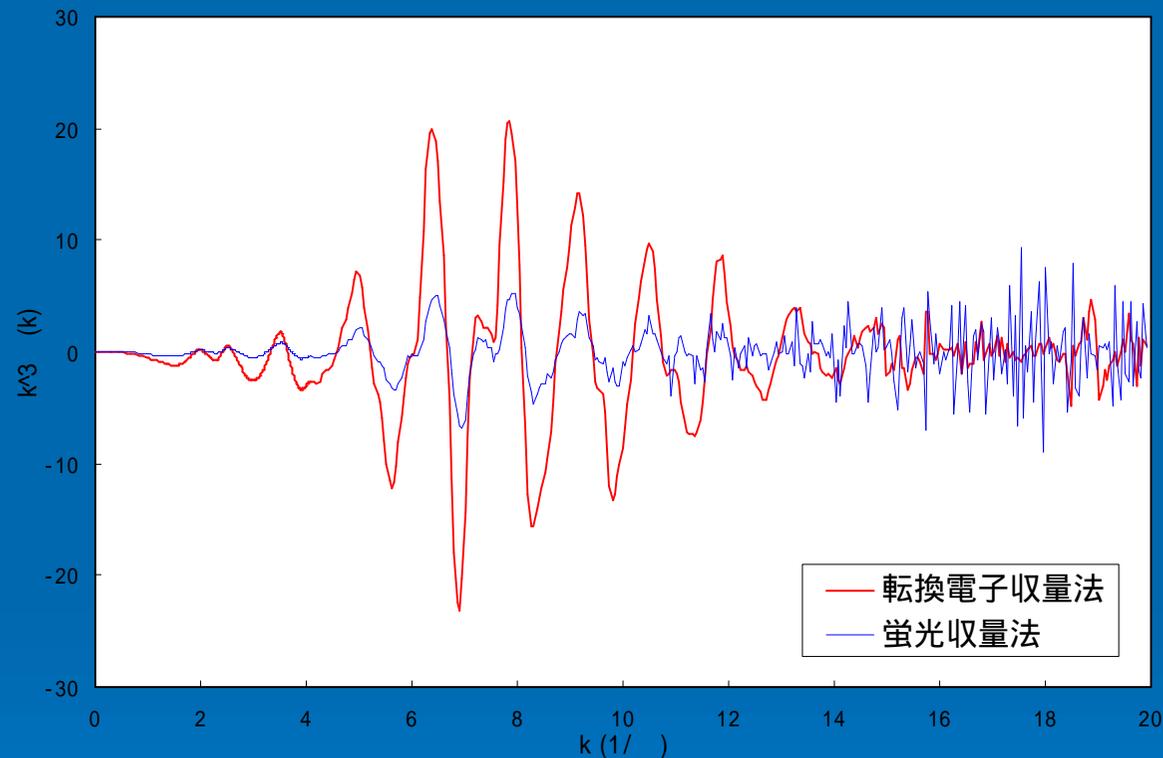


Fig.6 Cu-K edge $k^3(k)$ spectra .

蛍光収量法では振動強度の減少が見られるが転換電子収量法では良好なスペクトルが得られている

比較 2 :Cu薄膜 (300nm)

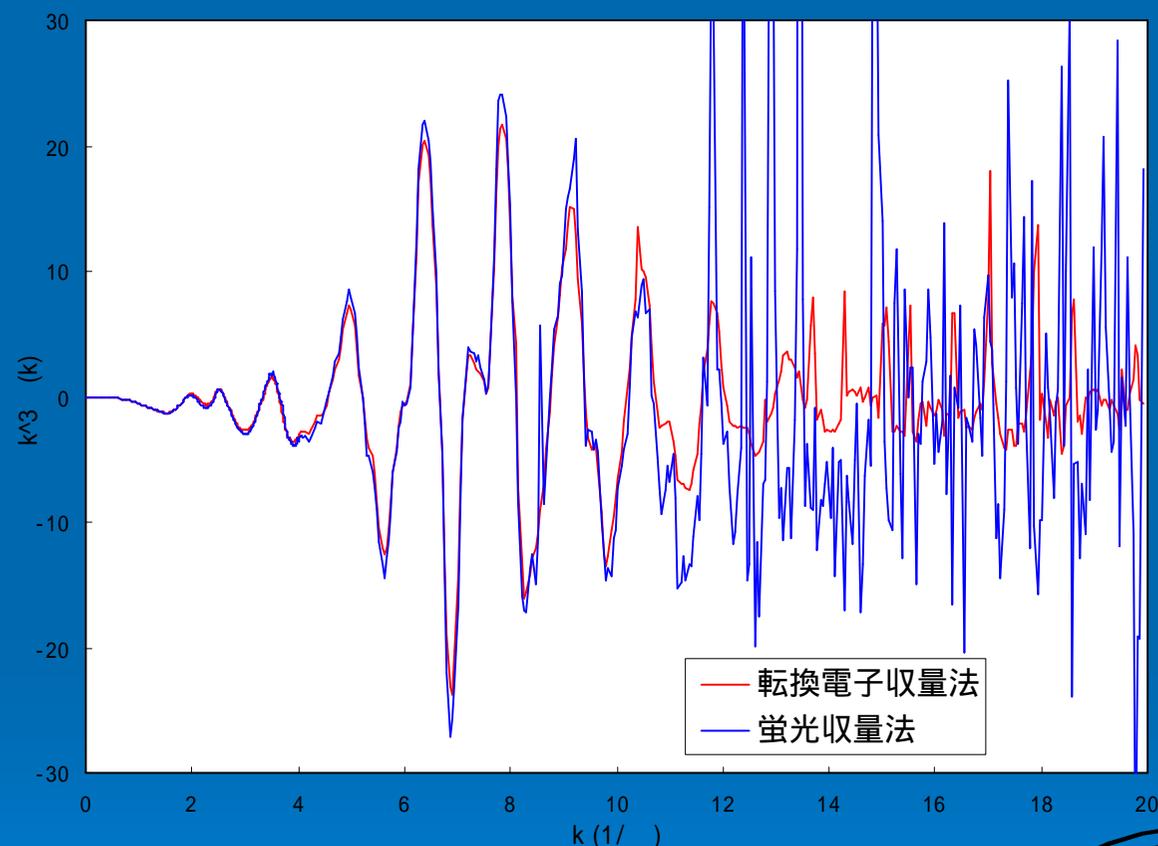


Fig.7 Cu-K edge $k^3(k)$ spectra.

転換電子収量法により蛍光収量法に対して遜色のないスペクトルが得られている。高K領域でのノイズは転換電子収量法の方が小さい。

比較 3 :セリア粉末

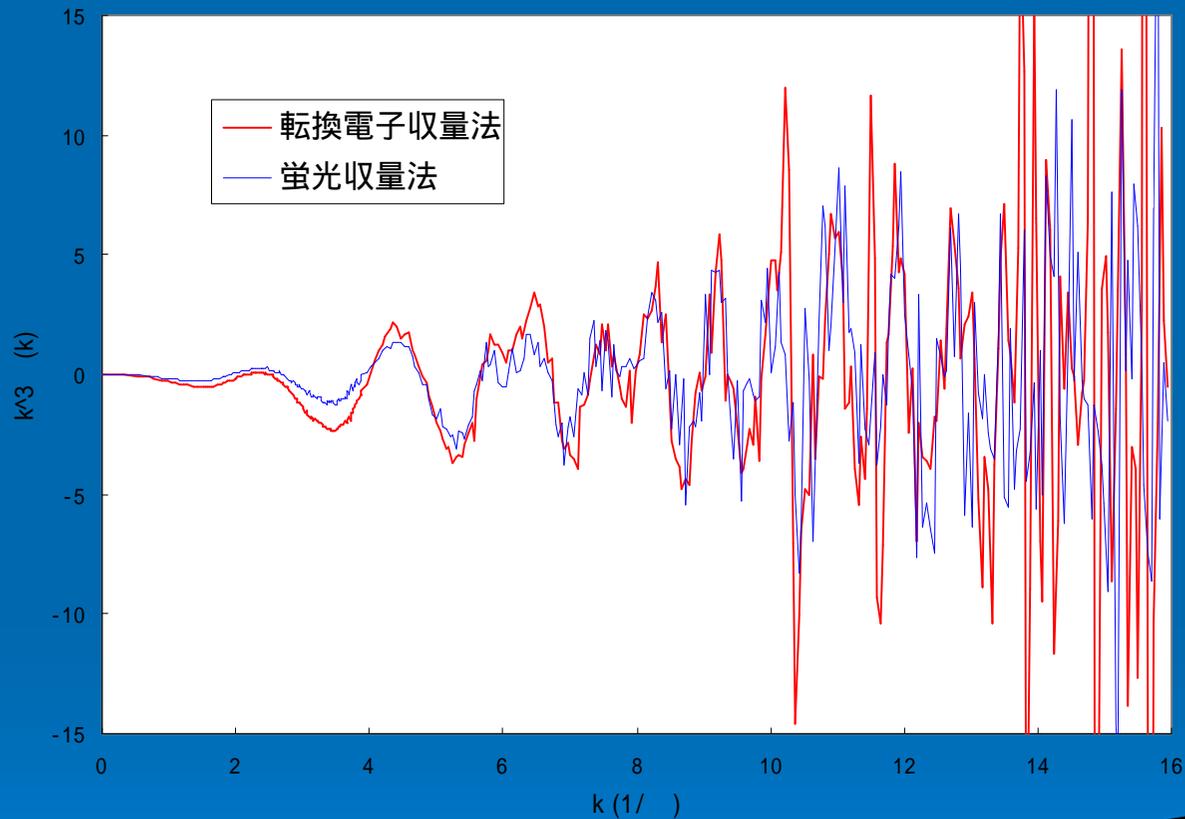


Fig.8 Ce-K edge $k^3(k)$ spectra .

高エネルギー領域においても転換電子収量法により蛍光収量法に対して遜色のないスペクトルが得られている。

分析深さの検討

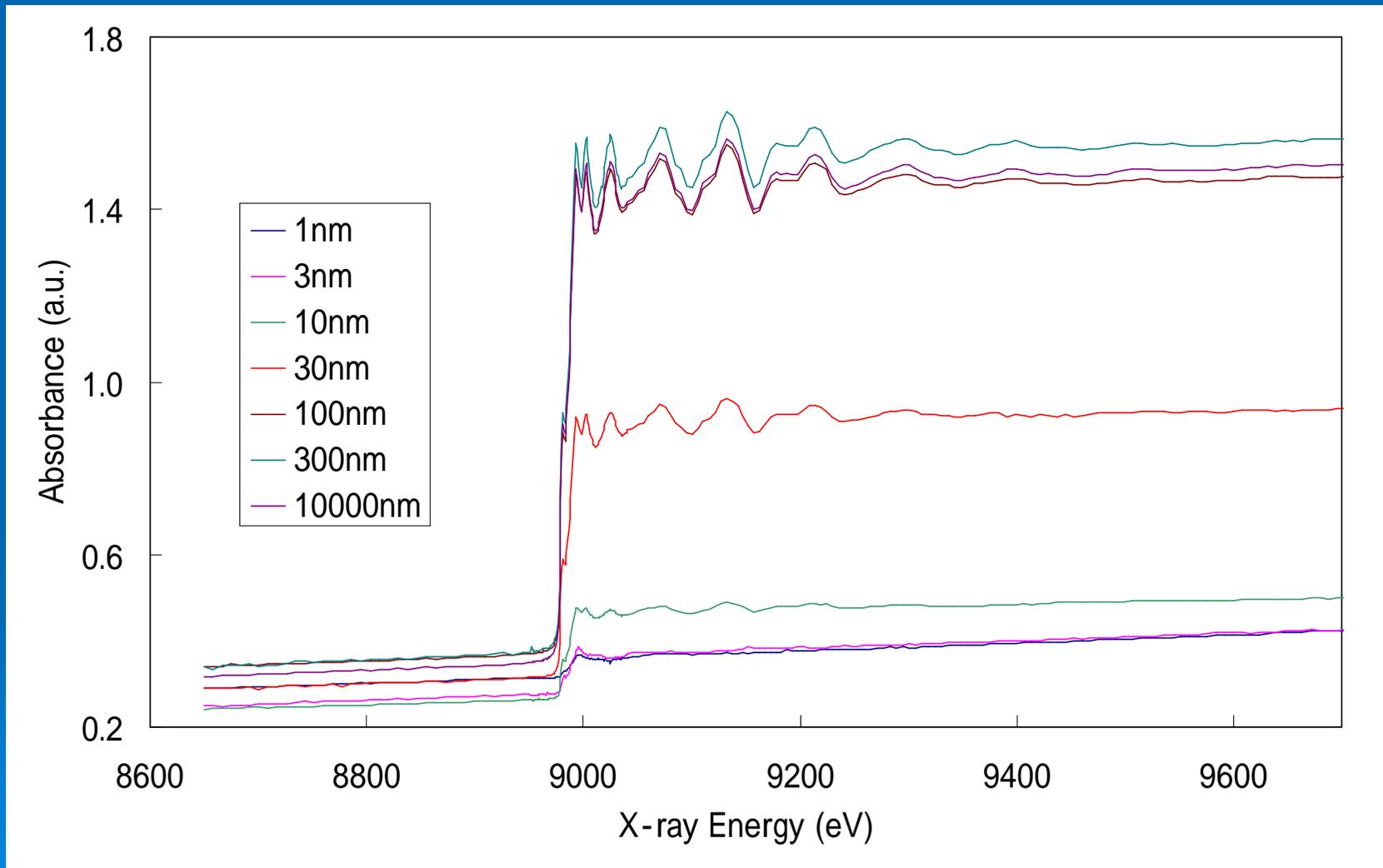
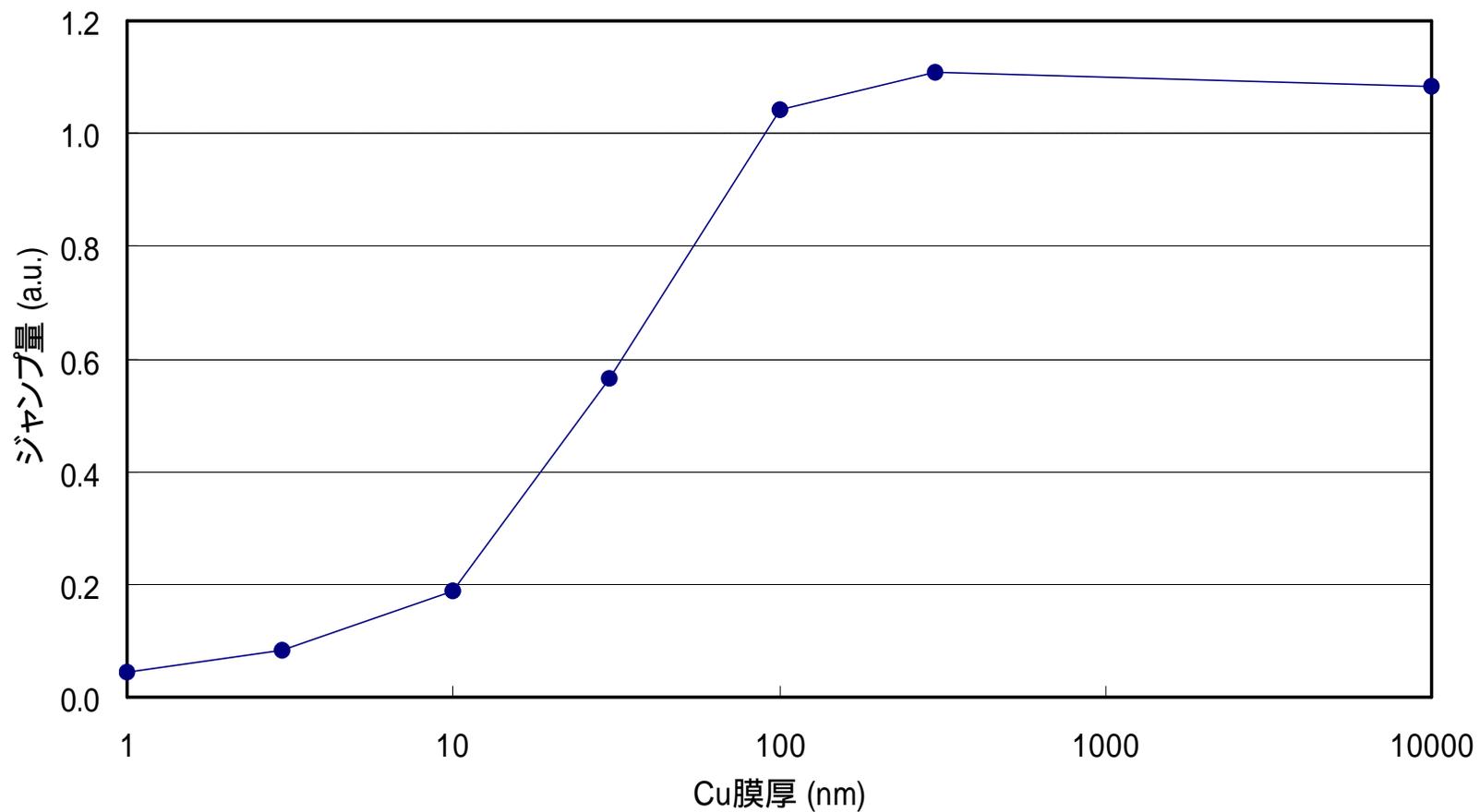


Fig.9 Cu-K edge XAFS spectra .

Cu膜厚と吸収ジャンプ量の関係



$\mu(x) = \mu(\quad) e^{-x/d}$ と仮定してフィッティング
(d:分析深さ、x:膜厚、 $\mu(\quad) = \mu(10000\text{nm})$)

分析深さd=41nm