

# サンビームにおける斜出射XAFS法の検討

○梅本 慎太郎<sup>1</sup>, 飯原 順次<sup>2</sup>, 尾崎 伸司<sup>3</sup>, 野口 真一<sup>4</sup>, 上原 康<sup>5</sup>  
 (スプリングエイトサービス<sup>1</sup>, 住友電気工業<sup>2</sup>, パナソニック<sup>3</sup>, 電力中央研究所<sup>4</sup>, 三菱電機<sup>5</sup>)

## はじめに

材料表面の化学状態分析方法の検討:

- ・電子分光法は超高真空中での測定であること、元素によっては化学シフトが小さく状態分析が困難な場合がある。
- ・斜入射法によるXAFS測定は試料表面でのフットプリントが大きくなるため大面積の試料に適用が限られてしまう。

そこで大面積試料を必要とせず極表面のXAFS測定が可能な手法である斜出射XAFS測定を実施。SPring-8の放射光と専用装置であるサンビームの蛍光装置を組み合わせ検討を行った。

## 実験

### 測定

SPring-8 BL16XU(アンジュレータービームライン)にて実施。  
 液体窒素冷却単色器にて単色化したX線を、Rhコートミラー(4.5mrad)で高次光カット+集光。  
 差込式スリットにより0.1mm×0.1mmに制限して試料に照射。

蛍光装置: 波長分散検出器(WDX)およびエネルギー分散検出器(EDX)を備えた、理学製の専用装置。双方で蛍光X線を検出することにより、Ni-K吸収端のXAFS測定を行った。

### 試料

Ni(50nm)/InP上の自然酸化膜。  
 ESCAで膜厚1~2nm確認済み。

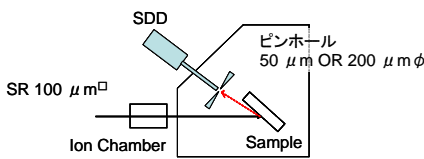
## 装置紹介



SPring-8産業用専用ビームライン

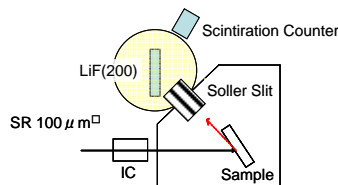


サンビーム(BL16XU) 蛍光X線装置



EDX配置の模式図

EDX: Bruker AXS X-Flash 1001 SDD使用。  
 検出器の前に200 μm φコリメータを取り付けて視野角を制限(角度分解能0.08deg)。  
 50 μmピンホールも使用(角度分解能0.02deg)。



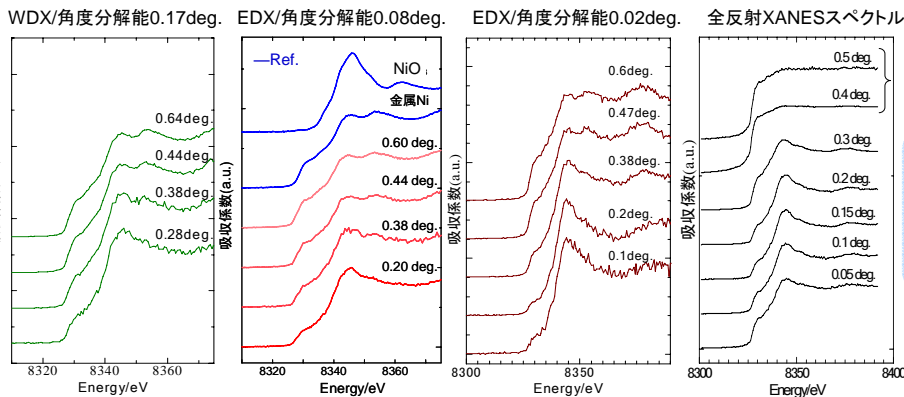
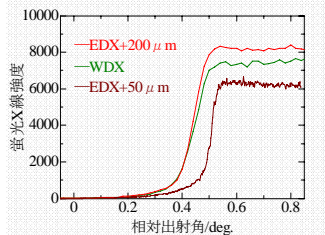
WDX配置の模式図

WDX: シンチレーションカウンター使用。  
 分光結晶LiF(200)の前にソーラスリット(角度分解能0.17deg)使用。

## 結果

### 斜出射XANESの角度依存性と全反射XAFSの比較

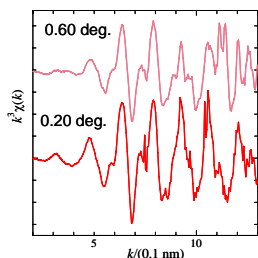
#### 蛍光X線強度の出射角依存性



自己吸収による歪

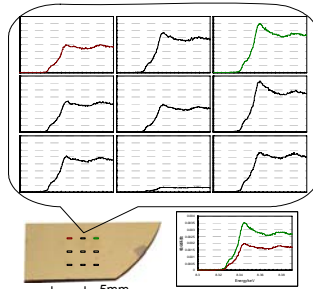
斜出射法により表面2nm以下の自然酸化膜層を検出。深い所は金属Ni

#### 斜出射XAFSによるEXAFS測定



出射角度0.20 deg. と0.60 deg. でのEXAFS振動成分χ(k)比較

#### 斜出射XANESによる状態マッピング



出射角度一定条件(0.38deg)でのNi-K XANESスペクトル場所依存性

## まとめ

- ・斜出射XAFS法により金属Ni表面の自然酸化膜(1nm~2nm<sup>1</sup>)の検出が可能となった。
- ・EXAFS測定も可能。またマッピングにより表面の状態分析も可能。
- ・今後横幅制限スリットへの変更により、角度分解能を落とすことなく蛍光強度を稼ぐことができ、測定がより短時間に。

### ・サンビームとは

川崎重工、神戸製鋼、住友電気工業、ソニー、電力グループ(関西電力、電力中央研究所)、東芝、豊田中央研究所、日亜化学工業、日産自動車、パナソニック、日立製作所、富士通研究所、三菱電機の企業グループ13社で構成する任意団体で、大型放射光施設SPring-8にビームライン2本(BL16XUとBL16B2)を建設し、利用運営している。

