

## 新博士紹介

## 新博士紹介

1. 氏名 清倉孝規 (NTT マイクロシステムインテグレーション研究所)
2. 論文提出大学 総合研究大学院大学
3. 学位種類 博士 (工学)
4. 取得年月日 2003年3月
5. 題目 軟 X 線マイクロビームによる光電子分光法の開発研究
6. 使用施設 KEK-PF BL16B
7. 要旨

固体材料における微小領域の分析手段としては、細く絞った電子ビームをプローブとしたマイクロオージェ電子分光法が広く利用されており、元素分析や組成分析に威力を発揮している。しかし、試料に対するダメージが大きい上にエネルギー分解能の向上が難しく、化学結合状態や電子状態の詳細な分析は困難である。一方、光電子分光法は、化学結合状態や電子状態の研究に最も適しているが、微小領域の分析については未だ多用されているとは言い難い。現状では、高空間分解能の光電子分光法には二種類あり、マクロサイズの励起光を試料に照射して放出された光電子を、電子顕微鏡的な電子光学系を経由させて試料表面の拡大像を得る方法と、光電子を励起するための軟 X 線をマイクロビーム化することによって空間分解能の向上を図る方法とがある。放出された光電子の拡大イメージを得る分析装置は、電子顕微鏡に比肩する空間分解能が得られるが、空間分解能とエネルギー分解能を同時に両立させることは電子光学的に困難である。また軟 X 線マイクロビームを用いる方法では、空間分解能とエネルギー分解能の両立は可能であるが、現実には、縮小光学系において光子フラックスが急激に減少することから、高い光子フラックスが要求される高エネルギー分解能の測定は難しい。

本論文は、以上のような背景を踏まえ、高い光子フラックスの軟 X 線マイクロビームを形成することによって高エネルギー分解能かつ高空間分解能で光電子分光装置を行う装置の開発研究に関するものであり、高輝度アンジュレータ放射光源と高エネルギー分解能軟 X 線回折格子分光器を用いて強くかつ狭バンド幅の軟 X 線を得て、さらに、高縮小比かつ高開口数のマイクロビーム形成光学系を用いて明るいマイクロビームを得ることによって、半導体ヘテロ接合劈開面に対して光電子分光分析を行ってその適用可能性を検証したものである。具体的には以下のように開発研究を進めた。

はじめに、高エネルギー分解能のマイクロビーム光電子分光実験に用いることを目的として高エネルギー加速器研究機構フォトンファクトリー (第二世代放射光源, エミッタンス = 130 nm・rad : 1997年当時) のアンジュレータビー

ムライン BL16B において、軟 X 線分光器の後置集光鏡設計を行った。設計においては、後置集光鏡の前段にある分光器光学系と、後置集光鏡の後段に設置される縮小光学系との適合を最優先して設計を行った。具体的には(1)低収差で集光するためにビームの垂直成分と水平成分をそれぞれ独立に集光する Kirkpatrick-Baez 方式を採用し、(2)出口スリットからの光とマイクロビーム光学系との発散角が適合する鏡配置をとった。(3)設計にあたって光のエネルギーとともに変化するスリット位置に対して柔軟に対応できるように曲率可変の円筒鏡を採用した。ビームラインの建設後、KEK-PF の繁政らによって光子フラックスおよび偏光度測定と、窒素および希ガスをを用いた分解能評価が行われ、ほぼ期待通りの性能を確認した<sup>1)</sup>。

次に、軟 X 線マイクロビームによる光電子分光実験を行うために、オリンパス光学の池滝らにより開発された高縮小比 (224倍) かつ高開口数 (0.235) のシュバルツシルト型縮小光学系<sup>2)</sup>を装備したマイクロビーム光電子分光装置の開発を行った。シュバルツシルト型縮小光学系には多層膜が形成され、89.2 eV (13.9 nm) 近傍の軟 X 線のみを集光できる。設計・製作したマイクロビーム光電子分光装置においては、限られたマシンタイムにおいてビームラインへの設置後可能な限り速やかに立ち上げることを最優先した。そのためにアンジュレータ放射光ビームラインと縮小光学系とのマッチングをとるような光軸調整機構を備え、かつ試料のエッジをナイフエッジとして用いて、マイクロビームを横断するようにナイフエッジを移動させながら透過光強度の変化(ナイフエッジカーブ)を測定して、透過光強度が急激に変化する位置を追求することにより焦点探索を行い、試料の測定対象部分をマイクロビームの焦点にあわせる機構を備えている (Fig. 1)。性能評価実験として、シュバルツシルト型縮小光学系のスルーポット評価、ビームサイズ評価、エネルギー分解能評価を行った<sup>3,4)</sup>。その結果、シュバルツシルト型縮小光学系が集光可能な中心波長と波長バンド幅およびスルーポットが正確

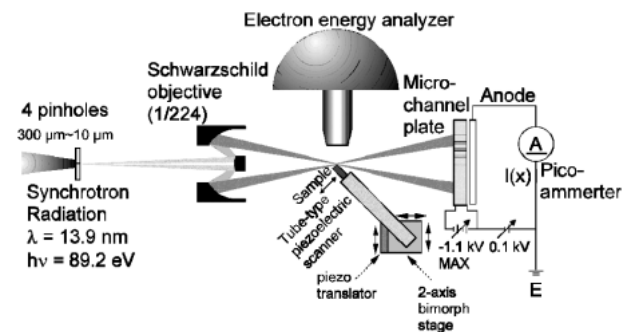


Figure 1. Schematic view of the experimental apparatus. The knife-edge method is used to find a focal point by measuring the transmitted soft x-ray intensity as the anode current from the micro-channel plate.

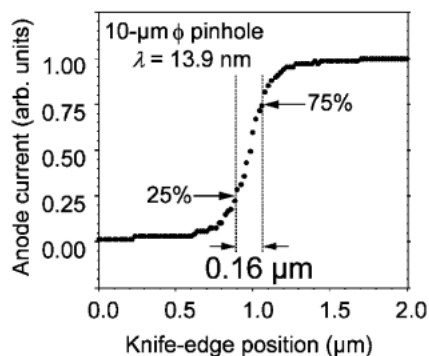


Figure 2. The knife edge response curve of the focused beam. The beam size is  $0.16 \mu\text{m}$  using 25–75% criterion.

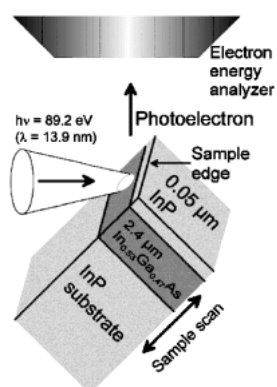


Figure 3. Schematic of the sample mounting. The sample is illuminated 45 degree from the normal to the sample surface.

に測定された。また、ビームサイズ評価では、直径 $10 \mu\text{m}$ のピンホールを用いた場合に、ナイフエッジカーブの25%–75%幅として $0.16 \mu\text{m}$ の値が得られた (Fig. 2)。さらに軟X線ビームを用いてフェルミ端の光電子スペクトルを測定し、分光器と電子エネルギー分析器の分解能を合わせた装置分解能は $0.05 \text{ eV}$ と見積られた。エミッタンスの大きな第二世代放射光源を利用しているにも関わらず、第三世代放射光源におけるマイクロビーム光電子分光装置に比肩する性能が得られた。

開発された軟X線マイクロビーム光電子分光装置において $0.6 \mu\text{m}$ 径のマイクロビームを用いて、有機金属気相成長法で成長させた半導体ダブルヘテロ構造 (InP (50 nm thick)/ $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$  (2.4  $\mu\text{m}$  thick)/InP substrate) の劈開断面を観測した (Fig. 3)<sup>5)</sup>。内殻準位の測定により、 $2.4 \mu\text{m}$ 幅のヘテロ構造が識別可能であることが示された (Fig. 4)。さらに、表面を長時間照射した場合のスペクトルの変化を調べ、軟X線への長時間暴露により表面に化

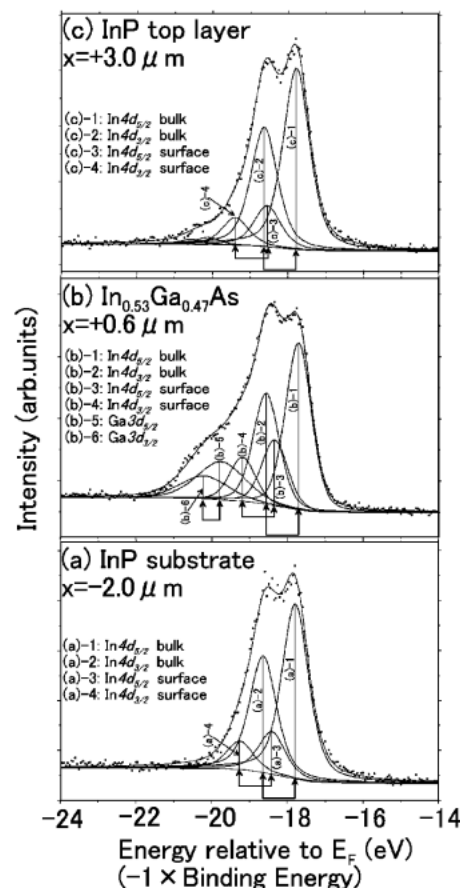


Figure 4. Core-level photoelectron spectra obtained from (a) InP substrate, (b)  $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$  layer, (c) InP top layer.

学反応を誘起する照射効果があることが判った。

以上のように、本軟X線マイクロビーム光電子分光装置が微小領域の化学結合状態および電子状態を調べる有力な手段であることが示された。これらの性能は、本装置を適用することにより、量子ナノ構造やヘテロ接合等の微小領域における電子状態及び化学結合状態の解明に寄与できることが期待できる。

#### 参考文献

- 1) E. Shigemasa et al.: *J. Synch. Rad.* **5**, 777 (1998).
- 2) Y. Iketaki et al.: *J. Electron Spectrosc. Rel. Phenom.* **80**, 353 (1996).
- 3) T. Kiyokura et al.: *J. Synch. Rad.* **5**, 1111 (1998).
- 4) T. Kiyokura et al.: *Opt. Rev.* **7**, 576 (2000).
- 5) T. Kiyokura et al.: *J. Vac. Sci. Technol., A* **16**, 1086 (1998).

(受付番号01071)