



光ビームプラットフォーム X線光電子分光ラウンドロビン実験

AichiSR

陰地 宏^{1,3}, 安野 聡², 村井 崇章³, 柴田 佳孝⁴, 上原 康³¹名古屋大学, ²高輝度光科学研究センター, ³科学技術交流財団, ⁴あいち産業科学技術総合センター

キーワード：光電子分光, 相対感度係数, 光ビームプラットフォーム

1. 背景と研究目的

通常の実験室系 XPS よりも分析深さが大きい硬 X 線光電子分光の存在は最近では広く認知されるようになった。しかしながら、①分析深さに関する実測データの不足、②定量評価のための相対感度係数のデータベースが存在しない、といった課題がある。それらの解決を最終目標として、光ビームプラットフォーム事業では、SPring-8 の BL46XU 及び AichiSR の BL6N1 において、励起エネルギー 3–10 keV の光電子スペクトルの収集を進めている[1-3]。上記課題②に対しては、酸素を含む化合物の光電子スペクトルを収集し、O 1s ピークを基準とした相対感度係数を導出することを目標としている。その一環として本実験では、各種化合物の光電子スペクトル測定を行った。

2. 実験内容

今回測定した試料の内、粉末試料はいずれも導電性の低いものであったため、粉末試料と高導電性カーボンブラック粉末（ケッチェンブラック：KB）を混合したものを、熱分析用のアルミニウム製サンプルパン（アルミパン）に投入し、ハンドプレスしたものを測定に供した。励起エネルギーは 3 keV とした。二結晶分光器の分光結晶には Si(111)を用いた。ベントシリンドリカルミラーのベントを集光条件から弱めて二結晶分光器への入射光を平行に近づける「高エネルギー分解能モード」で実験した。光電子の検出には静電半球型電子分光器（SPECS PHOIBOS 150 CCD）を用いた。測定は室温、光の試料法線から測った入射角は 55°、光電子の脱出角は 90°（直出射）とした。アナライザーのパスエネルギーは wide 測定で 50 eV、各内殻準位の測定で 20 eV とし、スリット条件は 7 mm×25 mm curved とした。測定時の真空度は 10⁻⁷ Pa 台であった。試料帯電が問題となった MgO 基板については、中和銃による帯電中和を行いながら測定した。

Table 1. 測定試料リスト

試料名	測定領域	試料形状, 備考
Au	Au 4f	板状 (較正標準)
SiC	wide, Si 1s, C 1s, Si 2s, Si 2p, O 1s	単結晶基板
GaN	wide, Ga 2s, Ga 2p, N 1s, Ga 3d, O 1s	単結晶基板
AlF ₃	wide, Al 1s, F 1s, Al 2s, Al 2p, C 1s, O 1s	シート状 (詳細本文参照)
MgO	wide, Mg 1s, O 1s, Mg 2s, Mg 2p	単結晶基板
InP	wide, P 1s, In 3d, P 2s, P 2p, O 1s	単結晶基板
MgO / KB	wide, Mg 1s, O 1s, Mg 2s, Mg 2p, C 1s	粉末, アルミパンで成形
VO ₂ / KB	wide, V 2s, O 1s, V 2p, C 1s	粉末, アルミパンで成形

※KB を付記した試料は試料帯電対策としてケッチェンブラックを混合。

3. 結果および考察

今回の測定の一例として AlF₃ の測定結果を Fig. 1 に示す。AlF₃ を測定した理由は、F と O を含む化合物の入手が難しいので、Al₂O₃ の Al と AlF₃ の Al の光電子強度を媒介として、間接的に O に対する F

の感度係数を求めるためである。SiC, GaN, InP の測定も同様な理由からである。帯電対策のため、AlF₃ 粉末をグラファイト粉末と結着剤に混ぜてスラリー状としたものを Al 箔上に薄く延ばしたものを測定試料とした。Fig. 1 に示した通り、信号強度が弱いものの試料帯電の影響が少ない Al 1s, Al 2s, Al 2p, F 1s のスペクトルを得ることができた。

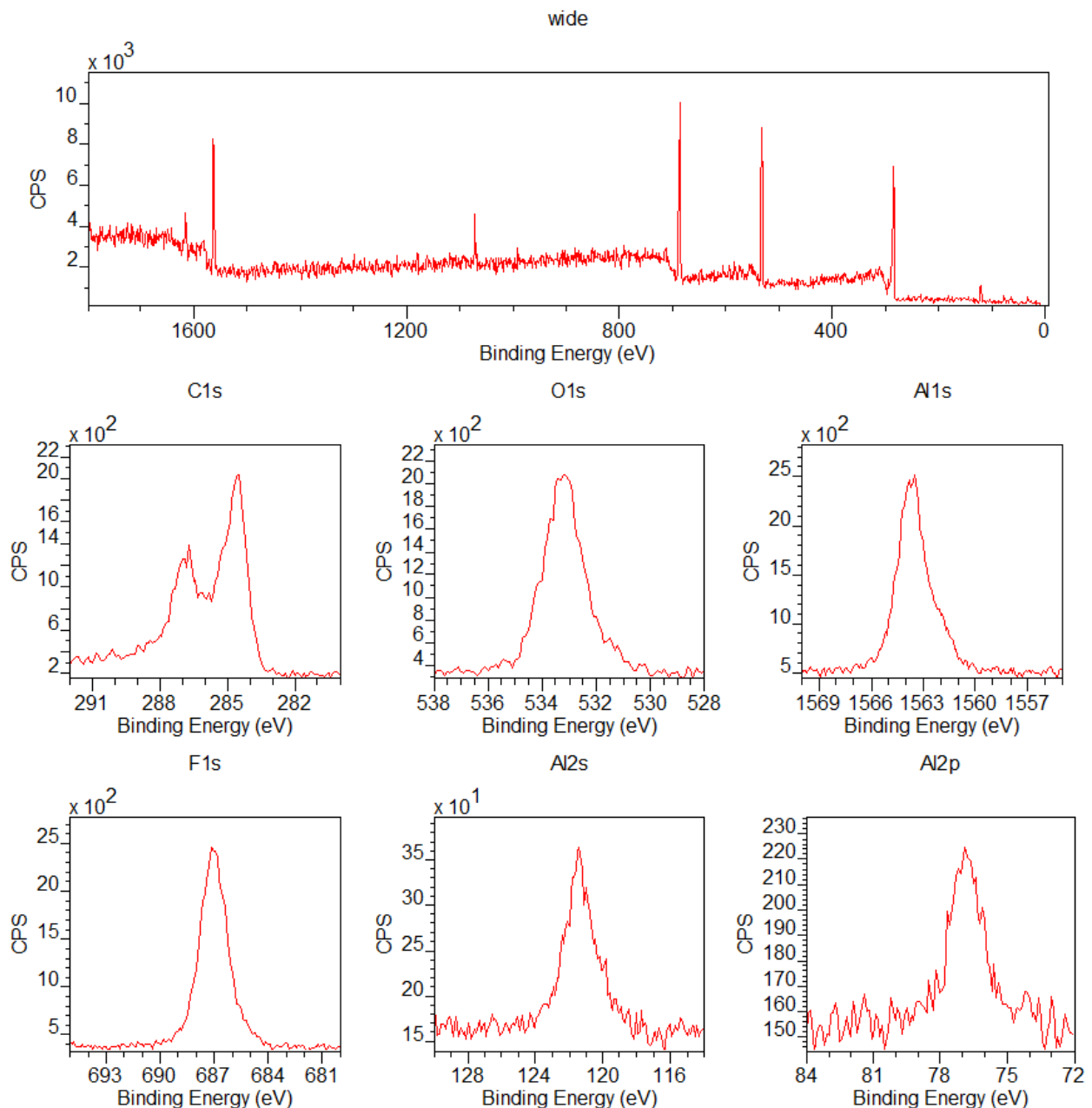


Fig. 1. AlF₃ の 3 keV 励起光電子分光測定の結果

4. 参考文献

1. 池野成裕, 安野聡, 渡辺剛, 陰地宏, 村井崇章, AichiSR 2016 年度公共等利用成果報告書 (実験番号: 201606007)
2. 池野成裕, 安野聡, 陰地宏, 村井崇章, AichiSR 2017 年度公共等利用成果報告書 (実験番号: 201703013, 201706108)
3. 陰地宏, 池野成裕, 安野聡, 村井崇章, 柴田佳孝, 上原康, AichiSR 2018 年度公共等利用成果報告書 (実験番号: 201803040)