

# 施設紹介『知の拠点あいち』



「知の拠点あいち」全景

あいちシンクロトロン  
光センター

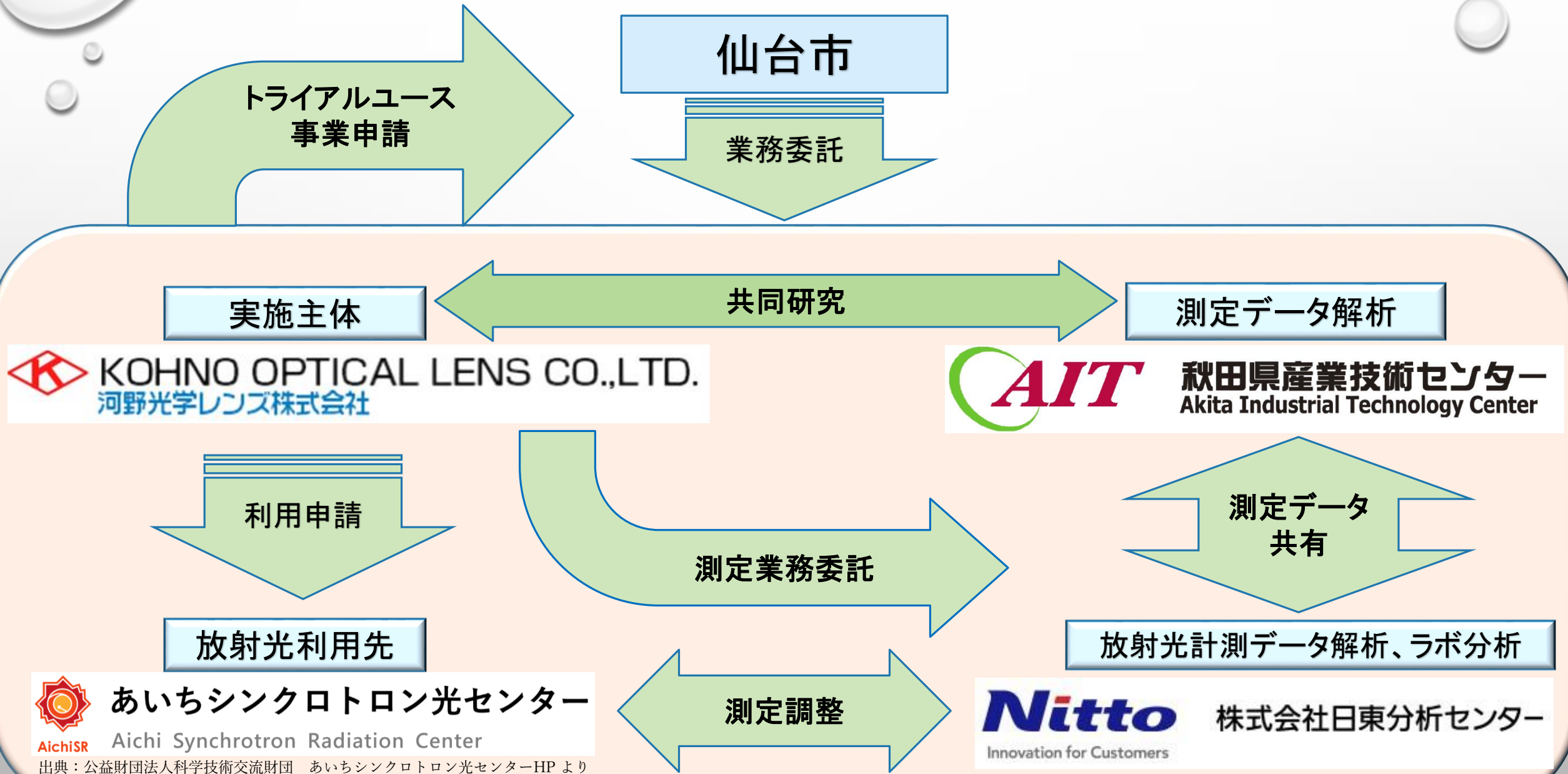


愛知県瀬戸市  
2013年 供用開始  
周長:72 m  
電子エネルギー:1.2 GeV



正面入口

# 4.放射光測定にあたっての実施体制



出典：公益財団法人科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センターHP より

## サンプル各種と分析方法一覧

サンプル No.	構造	材料	膜厚 (nm)	酸素量	あいちSR		分光エリプソ	
					XAFS (He)	HAXPES (約2nm)	屈折率 @510nm	吸収係数 @250nm
1	単層	LaTiO	91.9	少	済	済	2.122	0.466
2	単層	LaTiO	88.85	通常	済	済	2.088	0.423
3	単層	LaTiO	100.9	多	済	済	2.031	0.341
4	2層	MgF2 LaTiO	90.243 122.756	通常	済	済	(La-Ti-O) 2.062	(La-Ti-O) 0.304

# 5. サンプルと測定方法

## 利用したビームライン

### 3 軟X線XAFS・光電子分光 I BL6N1

軟X線領域のX線吸収微細構造分光(XAFS)測定を行い、材料中の原子の結合状態や局所構造を解析します。

エネルギー  
範囲としては、

- ▶ K吸収端でシリコン～クロム
- ▶ L<sub>3</sub>吸収端でルビジウム～アンチモンを対象にXAFS測定が可能

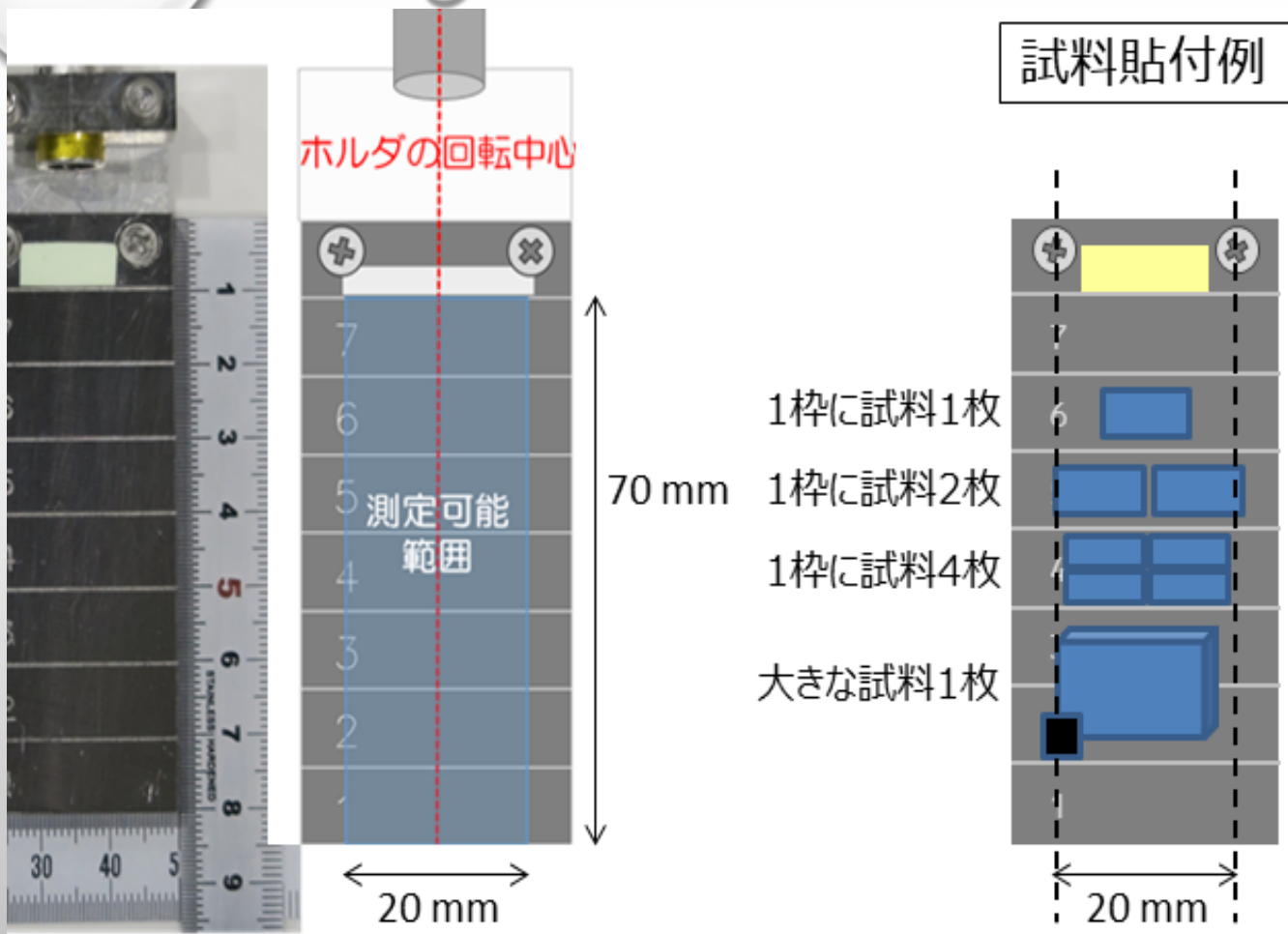
測定方法	軟X線XAFS{全電子収量法・蛍光収量法・転換電子収量法}, 光電子分光
主な装備	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試料加熱マニピュレーター(電子衝撃)・トランスファーベッセル</li> <li>・試料準備チャンバー(イオン Sputter、LEED)</li> <li>・転換電子収量・部分蛍光収量同時測定可能</li> </ul>

利用分野：シリコン～クロム、ルビジウム～アンチモン

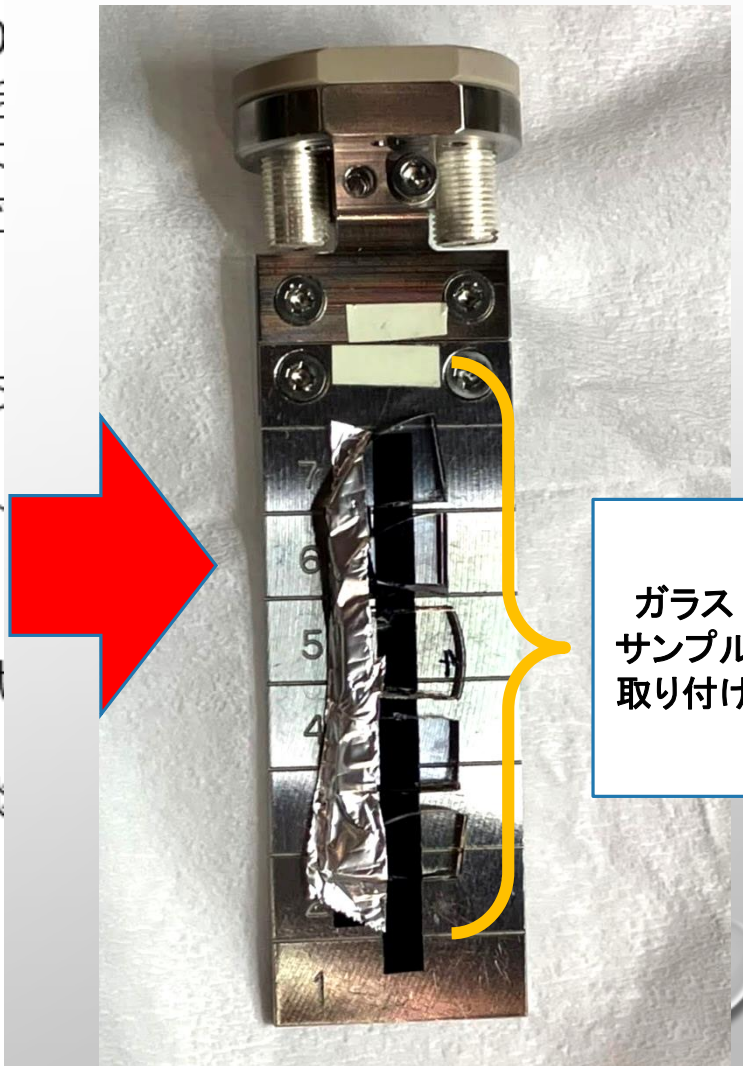
[例] 半導体材料、電池、生体医療材料など



# 5. サンプルと測定方法 (XAFS)



- ビームサイズより大きく、測定可能範囲におさまるよ導電性テープ等で貼り付ける
- 導電性に不安のある試料については、表面からプレート導通を取る
- サイズの大きい試厚みの厚い試料については要相談

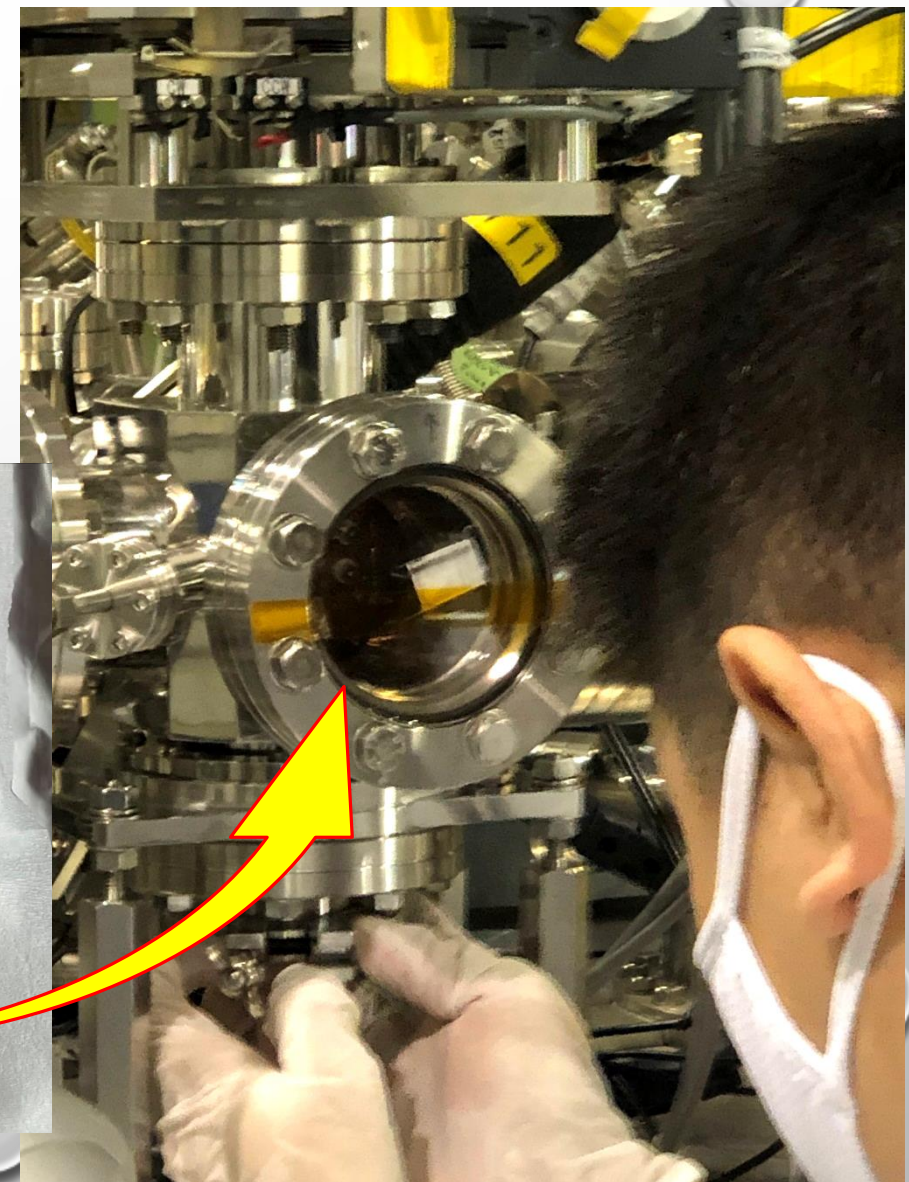
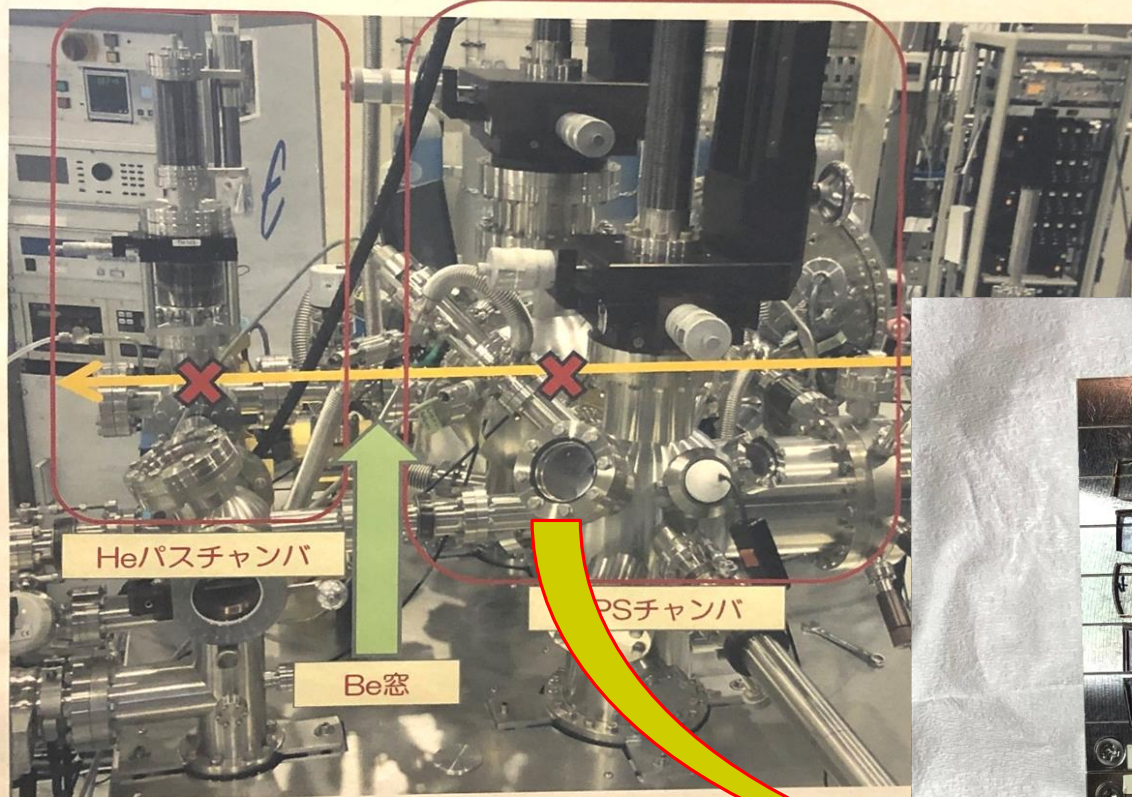


※試料上でのビームのフットプリント

集光モード	高エネルギー分解能モード
-------	--------------

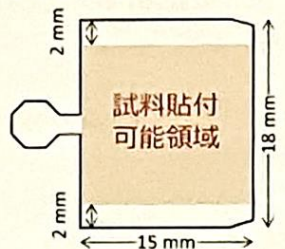
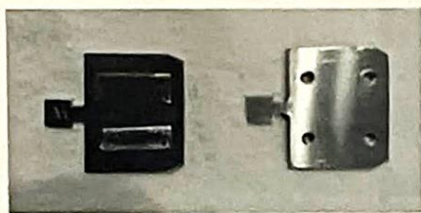
# 5. サンプルと測定方法 (XAFS)

BL6N1 末端の分析装置

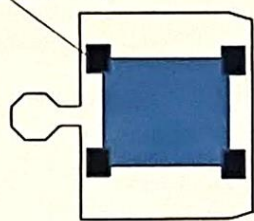


# 6. サンプルと測定方法 (HAXPES)

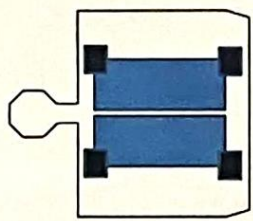
試料貼付方法 (真空XAFS・XPS用サンプルプレート)



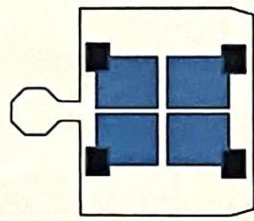
導電性テープ



試料1枚



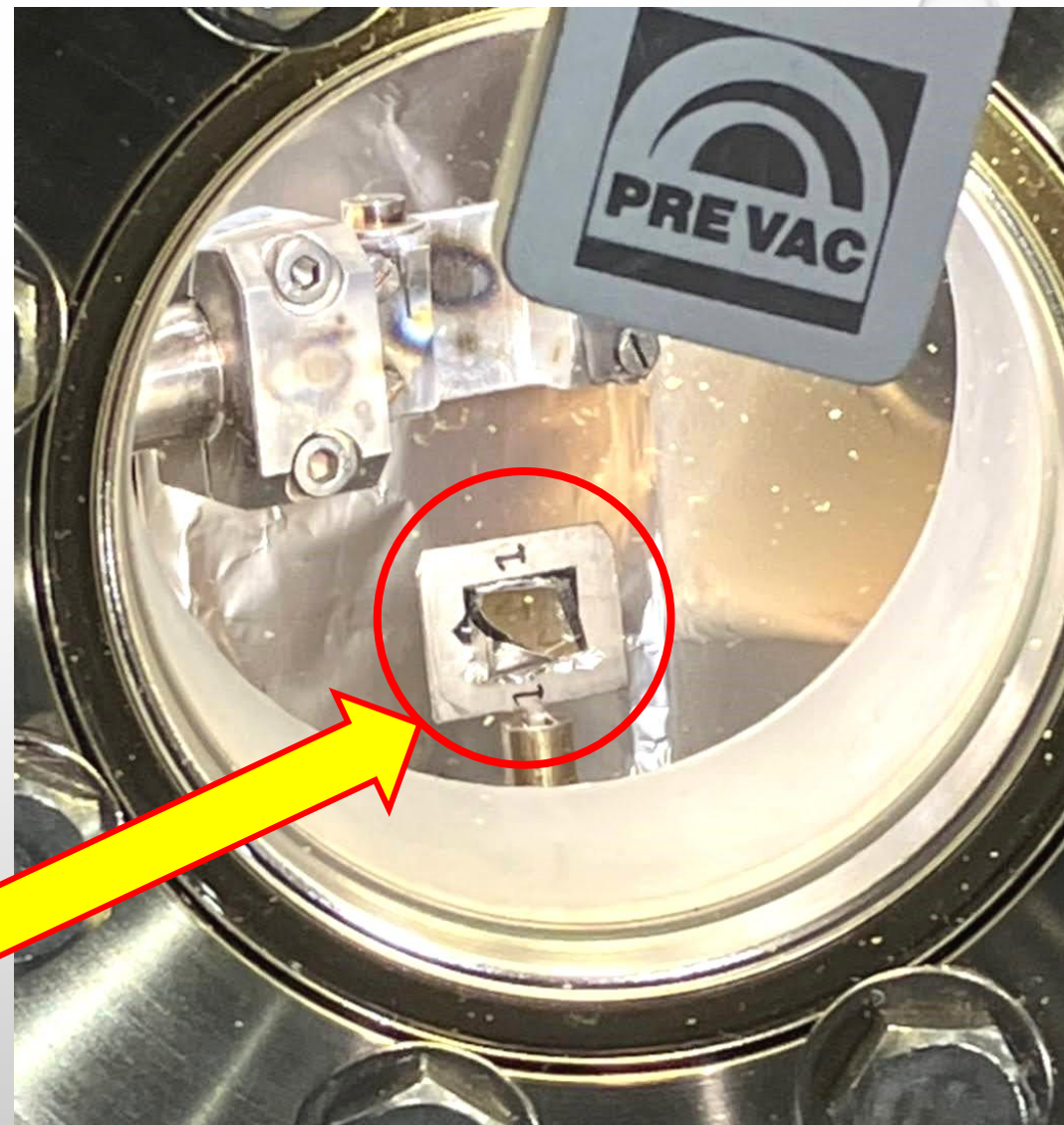
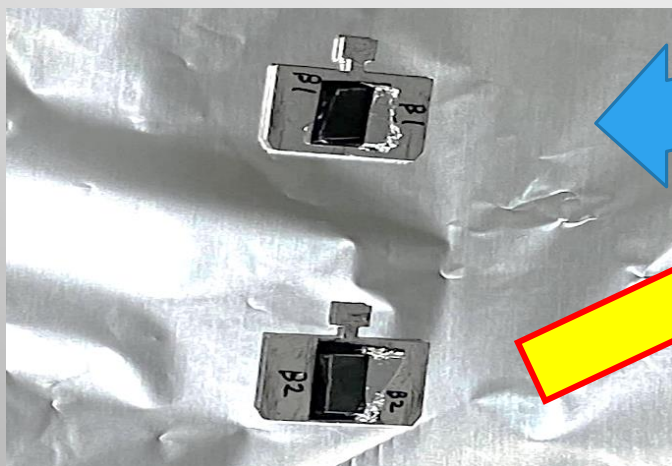
試料2枚



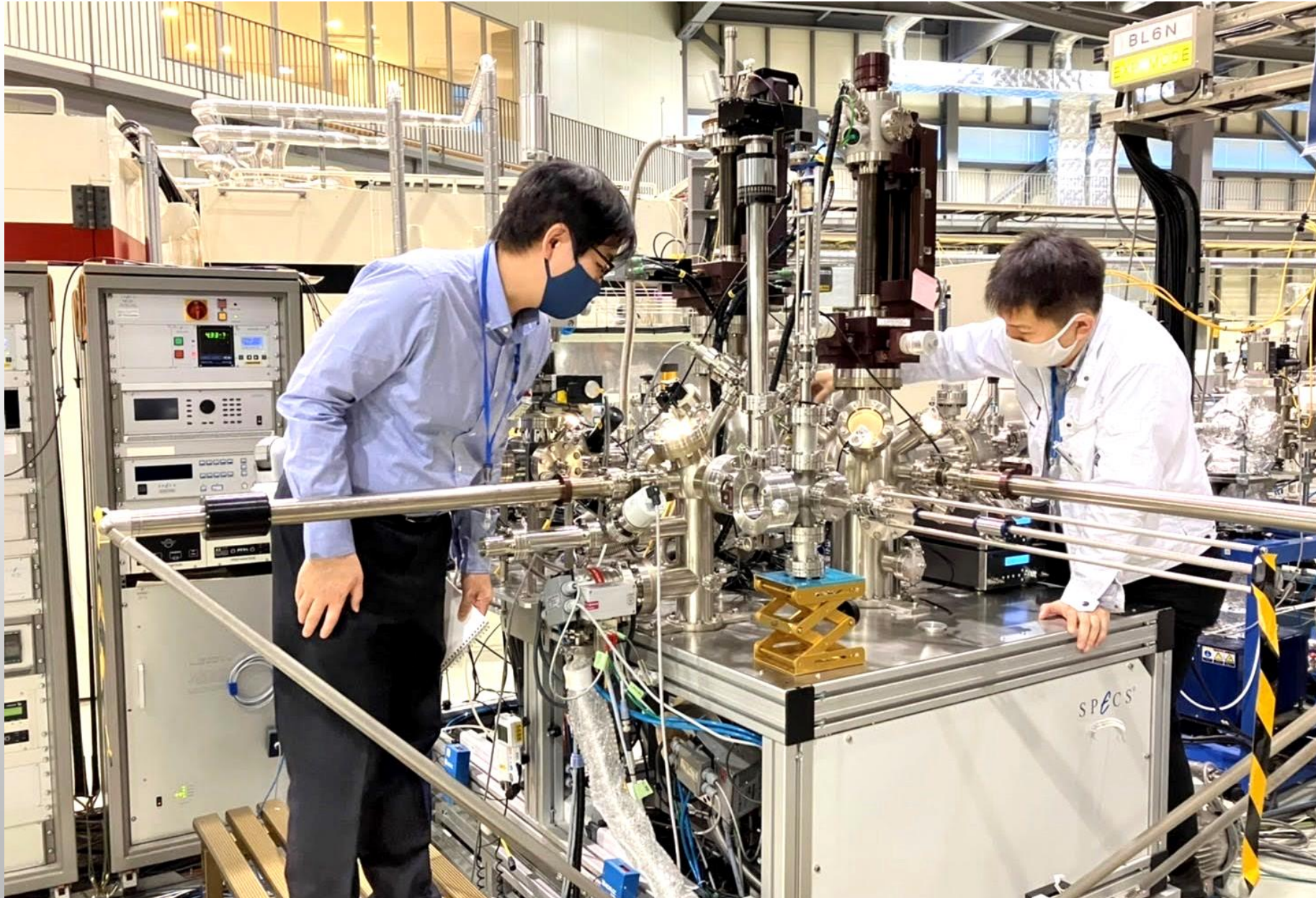
試料4枚

※試料上でのビームのフットプリント

	集光モード	高分解能モード
入射角0° (直入射)	■ ~1 mm ~2 mm	■ ~2 mm ~2 mm
入射角55° (直出射)	■ ~1 mm ~3.5 mm	■ ~2 mm ~3.5 mm

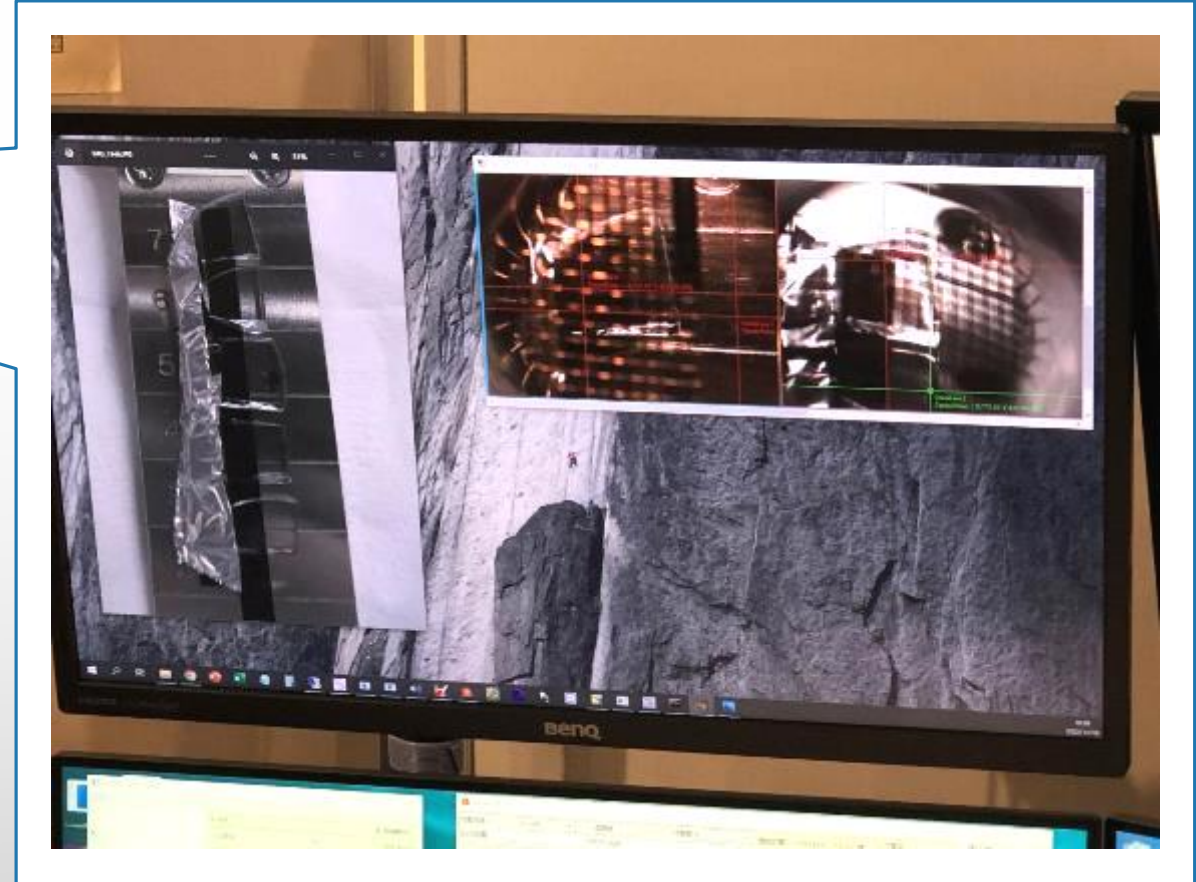


## 5. サンプルと測定方法

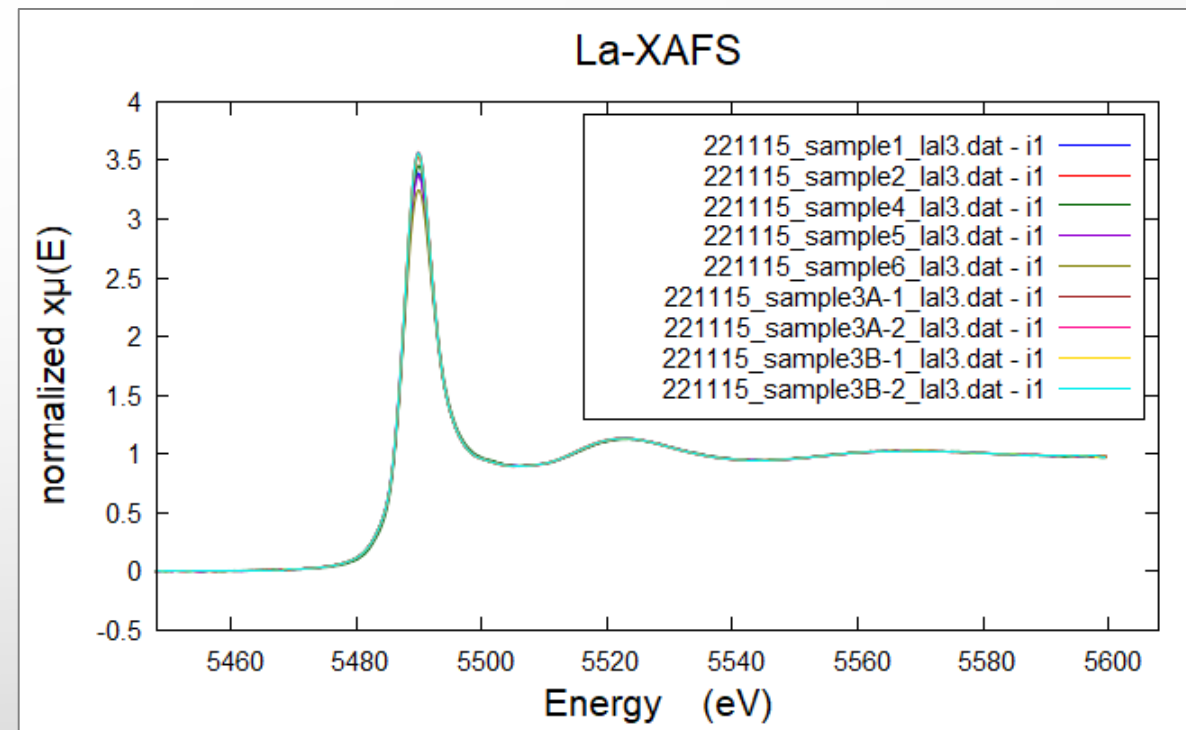
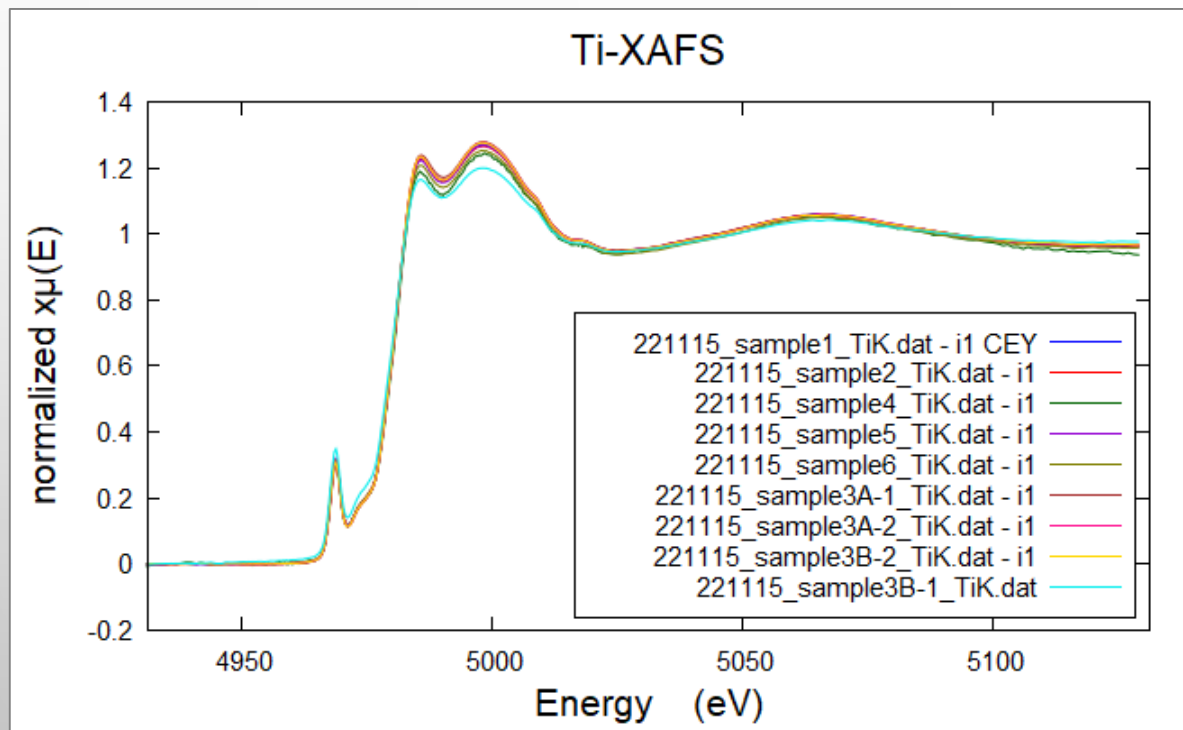




# 5. サンプルと測定方法



## XAFS測定 | TiおよびLaの化学状態 (酸素導入量による違い)

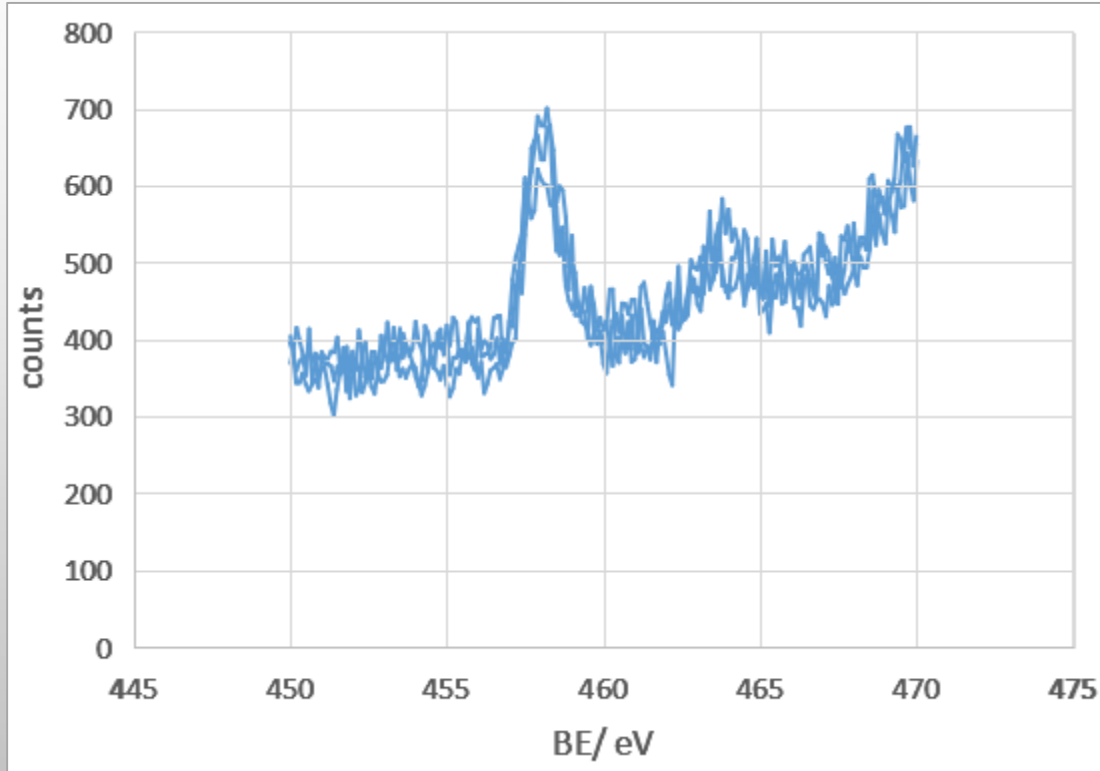


TiやLaの周辺構造(価数や配位)は顕著に異なっていないことがわかった。

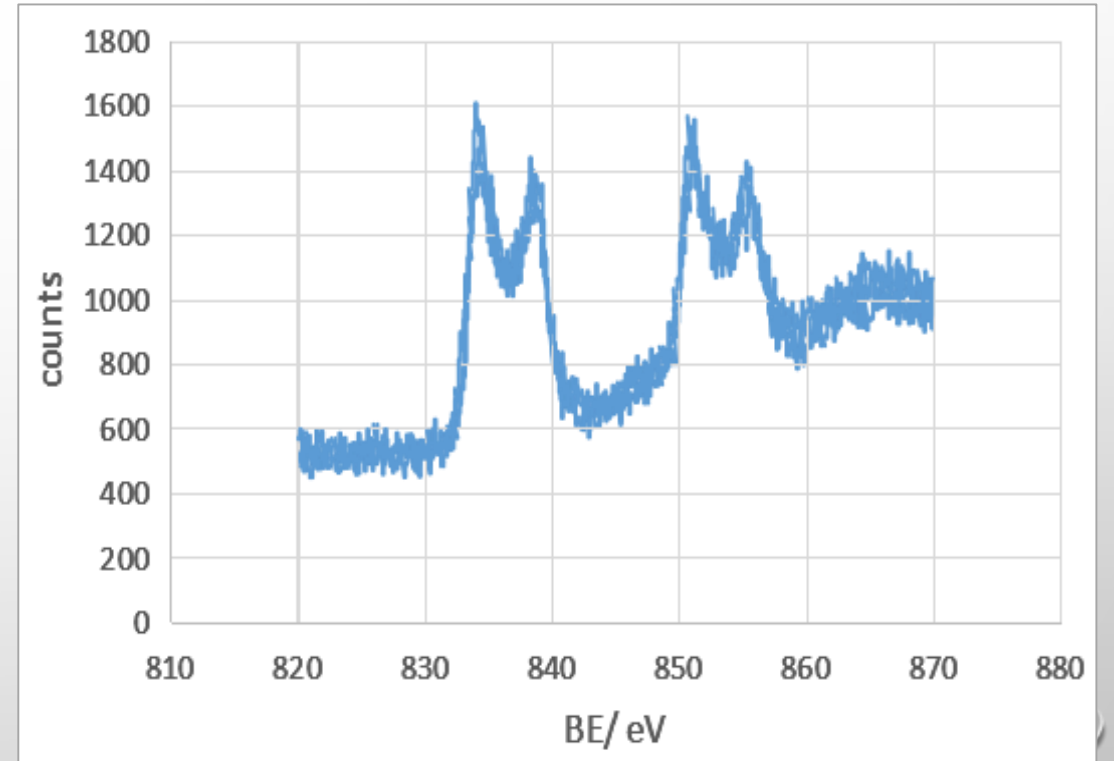
Sample 1, 2, 3A-1の比較

## 6. 放射光分析

### HAXPES測定 | TiおよびLaの化学状態 (酸素導入量による違い)



Ti の化学状態

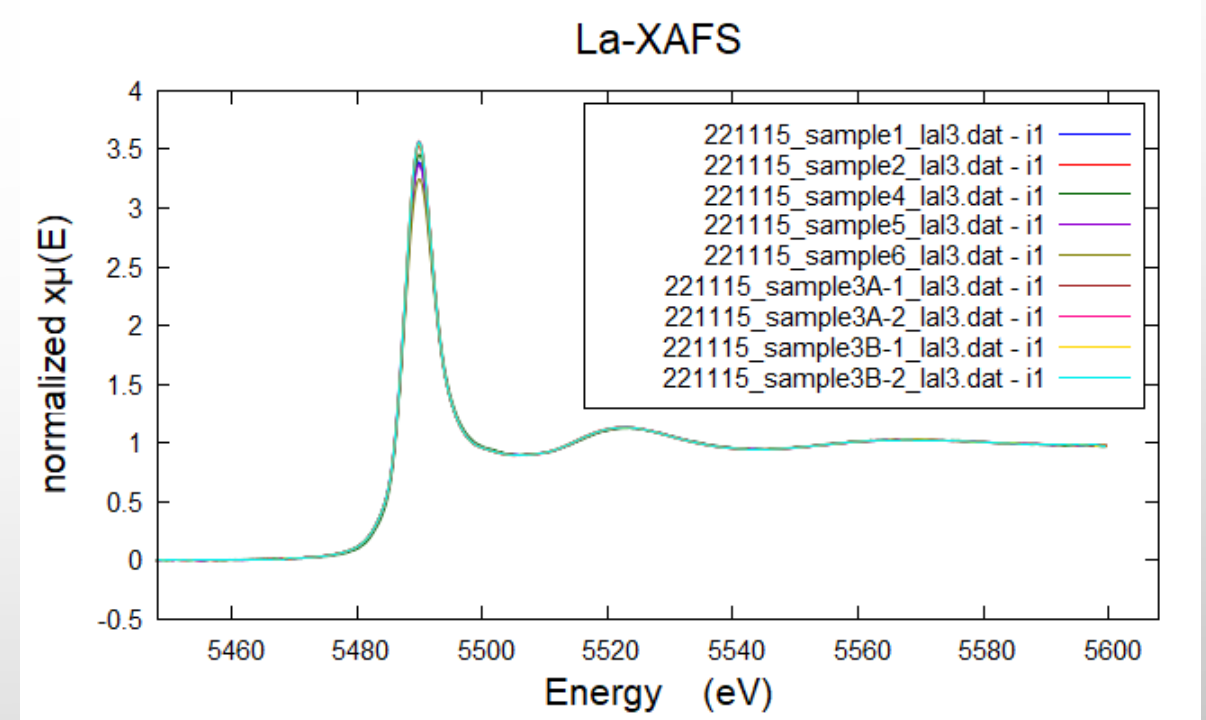
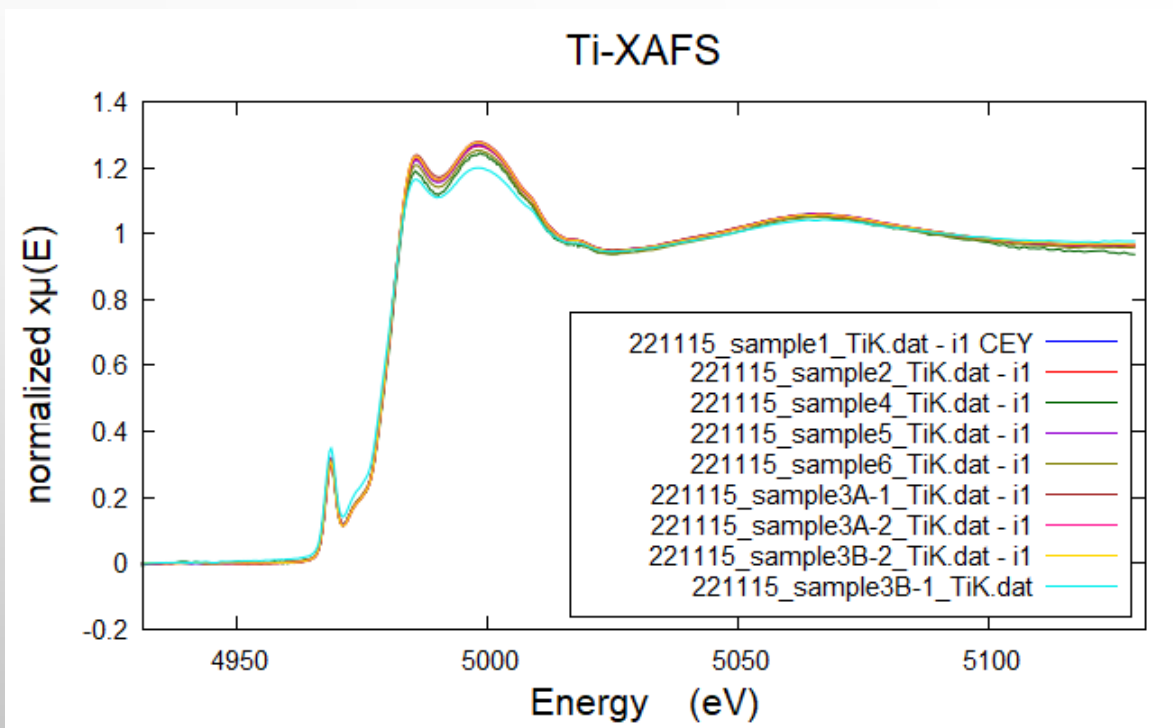


La の化学状態

Sample 1, 2, 3A-1の比較

## 6. 放射光分析

### XAFS測定 | TiおよびLaの化学状態(表面保護層の影響)

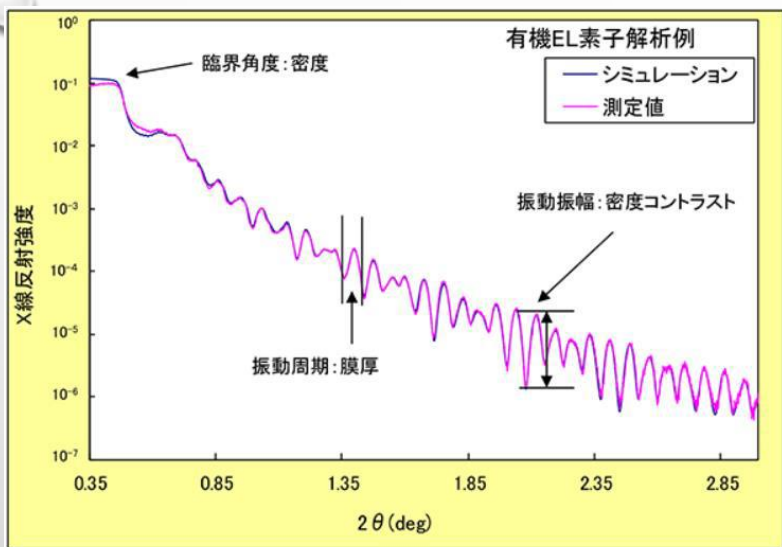


TiやLaの周辺構造(価数や配位)は顕著に異なっていないことがわかった。

Sample 3A-1, 4の比較

# 7.放射光測定後の追加ラボ分析

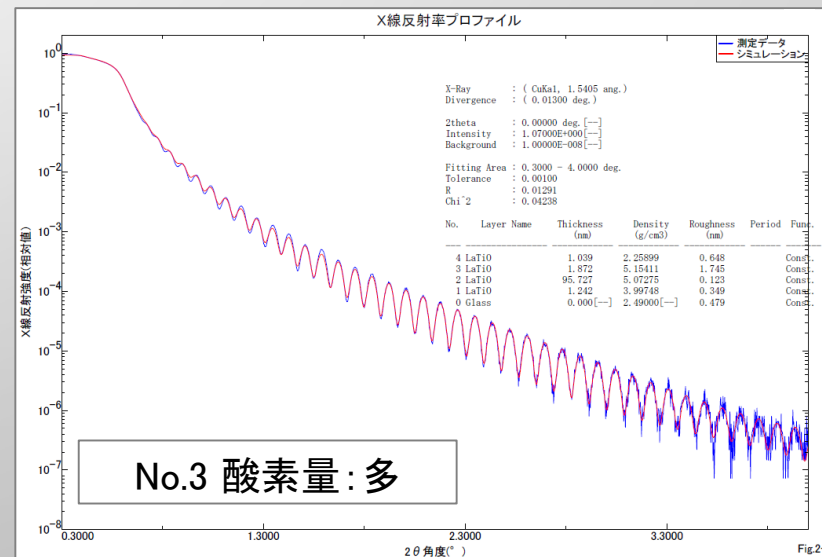
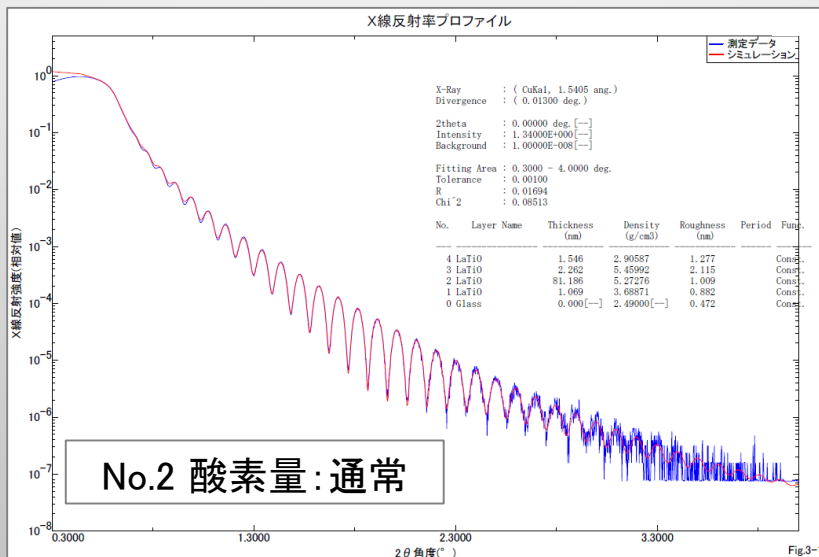
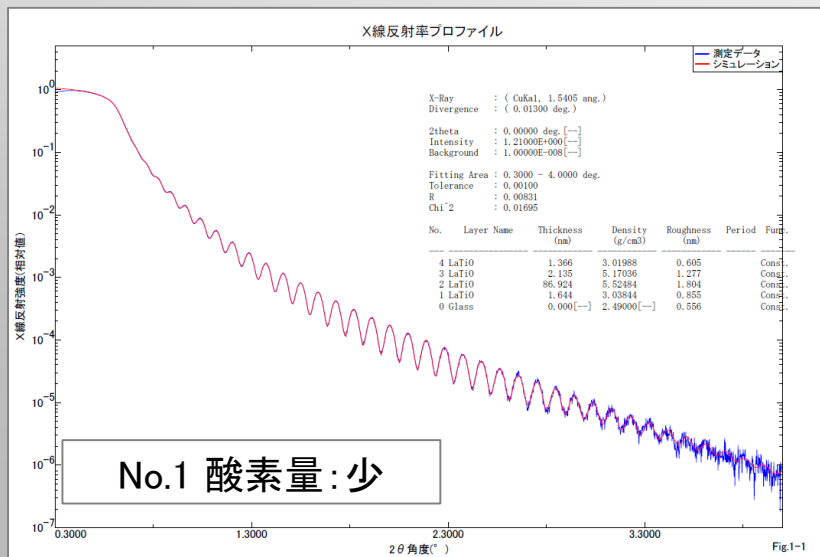
## XRR測定 | La-Ti-O薄膜の膜密度 (酸素導入量による違い)



試料名	膜種	総膜厚(nm)	平均密度(g/cm <sup>3</sup> )
No.1	LaTiO	92.02	5.44
No.2	LaTiO	86.06	5.22
No.3	LaTiO	99.88	5.03

総膜厚 ⇒ No.2 (酸素量: 通常) < No.1 (酸素量: 少) < No.3 (酸素量: 多)

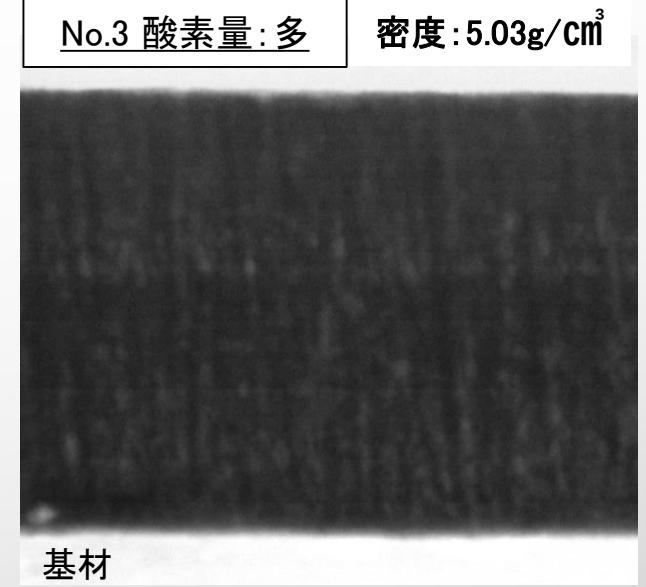
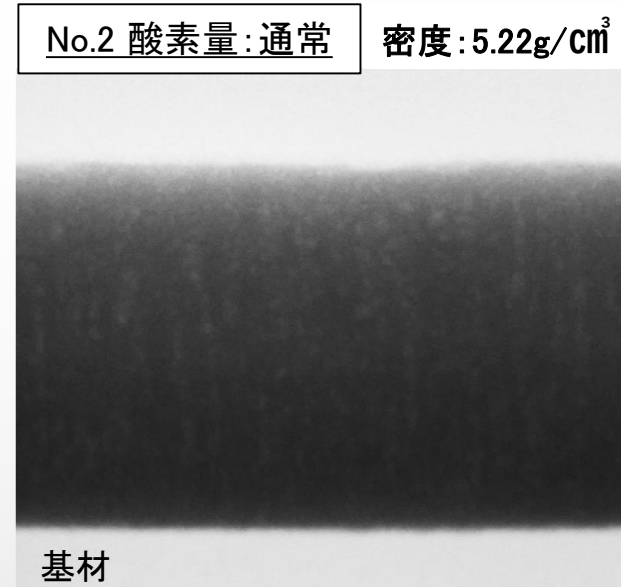
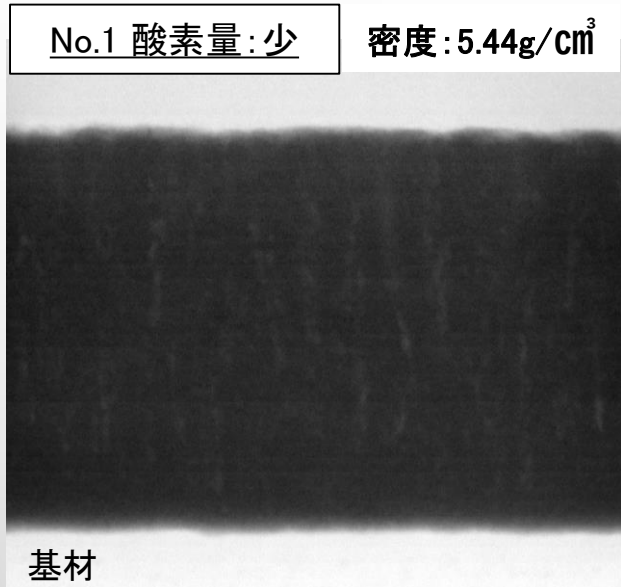
平均密度 ⇒ No.3 (酸素量: 多) < No.2 (酸素量: 通常) < No.1 (酸素量: 少)



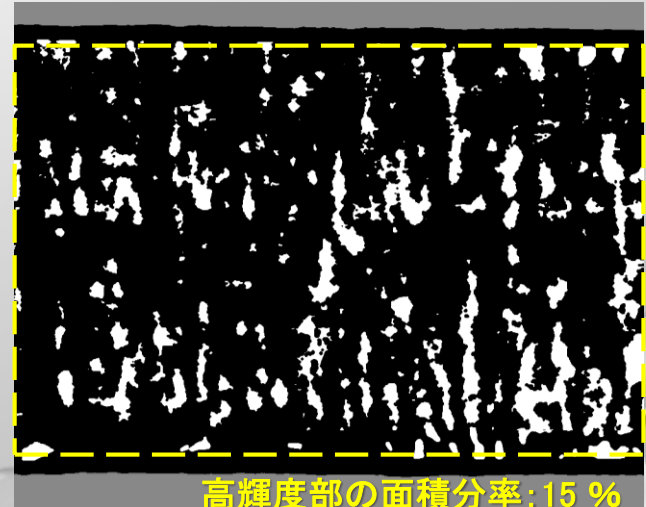
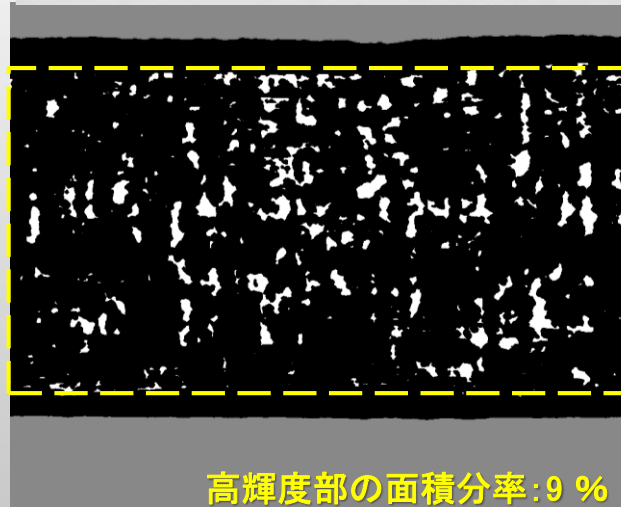
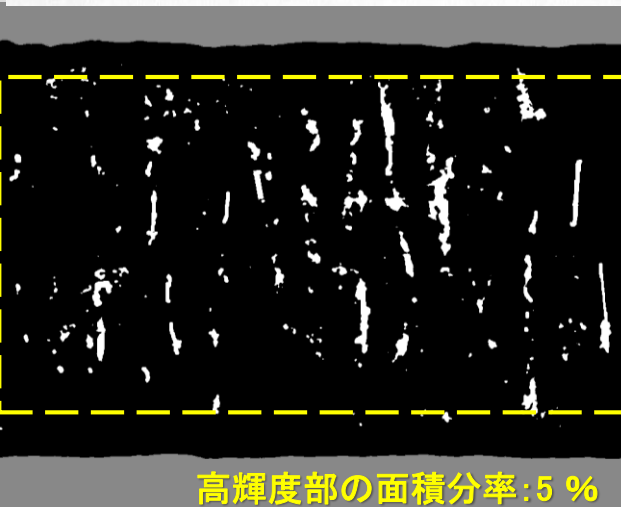
# 7.放射光測定後の追加ラボ分析

## TEM測定 | La-Ti-O薄膜の膜構造 (酸素導入量による違い)

TEM  
像



画像  
処理  
後



・高輝度のスジ状形態(低密度域と推察)の面積分率はNo.1<No.3<No.2であり、酸素量に比例することが確認された。

## まとめ

- 放射光の使用によって、ラボ機で見られたような差異は見られなかった。
- ラボ機での測定時は、表面クリーニング（Arイオン照射）の影響によって差異が生じていたと思われる。
- 追加ラボ測定では、TEMによって膜密度に差異があることが分かった。

## 謝辞

● 今回のトライアルユース事業を行うにあたり、関係者の方々のご協力があり順調に進捗することができました。弊社関係者はまず最初に放射光とは何ぞやから始まり、かみ砕いた説明をして頂き放射光測定に至りました。中小企業として放射光などを使用した分析は、専門知識が高いの方々のご協力があったとどり着けたことに大変感謝し、関係者の方々には厚くお礼申し上げます。

- **あいちシンクロトン光センター**

岡島敏浩 様  
 永見哲夫 様  
 村井崇章 様

- **日東分析センター**

信田 拓哉 様  
 村上 修一 様

- **秋田産業技術センター**

梁瀬 智 様  
 山根 治起 様  
 高橋 慎吾 様

- **仙台市経済局産業政策部**

金 翔平 様  
 齋藤 理奈 様

- **秋田県地域産業振興課**

近藤 祐治 様