

増反射膜を付加した軟X線平面結像型回折格子の結像特性評価

Evaluation of imaging characteristics of flat-field gratings coated with reflective film in soft X-ray region

浮田龍一¹⁾, 笹井浩行¹⁾, 長野哲也¹⁾, 今園孝志^{2)*}

Ryuichi UKITA¹⁾, Hiroyuki SASAI¹⁾, Tetsuya NAGANO¹⁾, and Takashi IMAZONO²⁾

¹⁾株式会社 島津製作所, ²⁾国立研究開発法人日本原子力研究開発機構

(*現在の所属は国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構)

(概要)

島津製作所が製造・販売する軟X線平面結像型回折格子(表面: Au または Ni)のホウ素(B)の特性X線(K 発光: 波長 6.76 nm, エネルギー: 183.3 eV)における回折効率を向上させるために、回折格子表面にTiO₂薄膜を積層した。TiO₂層の有無での結像特性をB-K 発光線を用いて比較評価し、TiO₂層の有効性を確認した。

キーワード: 軟X線発光分光, 平面結像型回折格子, TiO₂薄膜, ホウ素, 化学結合状態分析

1. 目的

鋼材の特性(靱性, 磁性等)を決定付ける微量ホウ素(一般に, 5~30 ppm 程度)及びその生成物であるホウ化物を電子顕微鏡法とX線分光法を組み合わせることで非破壊的に化学結合状態分析することは高付加価値鋼材を研究開発する上で極めて重要である。島津製作所では産学連携により電子顕微鏡に搭載可能な分光器用の平面結像型回折格子の商品化に成功した[1, 2]。しかし、本装置におけるBの検出限界値は20 ppm程度であり、既存のX線分光装置に比して高感度(5~250倍)であるが、定量性の議論には更なる高感度化が要求されている。そこで光学薄膜材料として汎用されているTiO₂を積層した回折格子(以下, TiG という。)は従来品に比べて回折効率が高効率化することが期待されている[3]。しかし、TiO₂は軟X線用増反射膜としての研究が遅れている上、TiO₂の線膨張係数が下地となる金属(Au や Ni)と約2倍異なるため強い膜応力によって表面形状や面精度が低下し、結像特性が劣化する恐れがある。このことは製品開発を行う上で解決しなければならない極めて重要な課題である。そこで本施設供用課題において新たに製作したTiGの結像特性を明らかにする。

2. 方法

TiGは当社標準品のNiレプリカ回折格子(以下NiGという。)に真空蒸着法でTiO₂を成膜して製作した。TiGの膜構造はガラス基板側から樹脂, Au, Ni, TiO₂である。比較のためNiGも用意した。

軟X線分光器の入射スリット幅は40 μm, 検出器として分解幅20 μmの背面照射型CCDを用いた。回折格子の入射角は, 88.07°, 入射スリットと回折格子間距離は237 mm, 回折格子と検出器面間距離は233.5 mmである。軟X線光源には電子線励起によるBターゲットからのK線を用いた(McPherson製 Model 642)。加速電圧は4 kV, エミッション電流は0.2 mA, 蓄積時間は300秒とした。

3. 結果及び考察

NiG, TiGともにほぼ一致する形状のB-Kスペクトルが得られ、当初懸念された膜応力による表面形状の変形等による結像特性の劣化は確認されなかった。また、ターゲットのカーボンコンタミに起因するC-KとO-Kも同時に観測されたが、TiGはNiGに比してB-Kスペクトルの低エネルギー側の裾野と重なるO-K(3次光)及びB-Kの基線増加の要因となるC-K(1次光)の強度を著しく減少させることが分かった。これはTiGがB-K測定に有効であることを示唆している。

4. 引用(参照)文献等

1. 軟X線平面結像型回折格子: <http://www.shimadzu.co.jp/products/opt/products/grating/rr01.html>
2. 電子顕微鏡搭載用軟X線分光器: <http://www.jeol.co.jp/products/detail/SXES.html>
3. M. Koike et al. (2015/11), 第13回X線結像光学シンポジウム