X 線の回折過程における光電子収量の角度変化*

高橋 敏男**, 菊田 惺志**, 辻 泰**, 福留 理一***

(昭和53年12月28日受理)

Variation of the Yield of Photoelectrons Emitted from Single Crystals under
the Diffraction Condition of X-Rays*Toshio TAKAHASHI**, Seishi KIKUTA**, Yutaka TUZI**
and Riichi FUKUDOME***

(**Institute of Industrial Science, University of Tokyo, Minatoku, Tokyo)

(***ULVAC Co., Chigasaki, Kanagawa)

(Received December 28, 1978)

動力学的回折理論によると、X線が完全に近い単結晶で回折条件をみたしているときには、入射波と回折波の干渉効果により回折に関与している格子面の間隔と同じ周期をもつ定在波が結晶中に形成される。反射型の回折条件をみたす場合にはX線の入射角がわずかに変わると、定在波と格子面の位相関係もそれに応じて変化することが知られている。このためX線と原子との相互作用の結果散乱あるいは放出されるさまざまな2次線の強度は、X線の入射角に対して敏感に変化することが期待される。我々は、高真空中で動作可能なX線2結晶ディフラクトメータを設計・製作し¹⁾、結晶表面から放出される電子の収量の入射角依存性をしらべた。

Fig. 1 に2結晶ディフラクトメータの平面図を示す。ディフラクトメータは450 ϕ mm $\times$ 500 mmの円筒形の真空槽中に設置されている。第1ゴニオメータ(G1)、第2ゴニオメータ(G2)はともに円形のベースプレート(B)の上に設置されている。ベリリウムの窓(X)から入射したX線は、モノクロメータである第1結晶で回折されたのち試料である第2結晶に入射する。第2ゴニオメータはベースプレート(B)のほぼ中央に固定されているので、第1ゴニオメータをレール(I)に沿って平行移動させることにより第1結晶で回折されたX線は第2ゴニオメータの回転軸上を通過することができる。(＋、－)平行配置の場合には第2結晶で回折されたX線はベリリウムの窓(Y)を通して大気中に出る。X線の回折強度曲線の半値幅は数秒程度であるので、第2結晶の回

転軸には0.1秒以下の精度が要求される。我々は両端を固定された円筒の中央で軸に直角方向に溶接されたトーションアーム(Ta)をマイクロメータ(Mi)で押すことにより生じたトーションを結晶に伝えることでこの極微小回転を実現させた。減速比1/50のウォームギヤ(Wg)と1.8 $^\circ$ /パルスのステッピングモータ(Pm)を使用した場合には、ステッピングモータに450パルス送るとマイクロメータが22.5 μ m進み結晶が0.1秒回転する。排気はKのポートを通してスパッタイオンポンプ(160 l/s)で行ない 2×10^{-7} Torrの真空度を得た。さらに液体窒素温度のチタンゲッタポンプで排気すると 2×10^{-8} Torrの圧力に達する。測定は主に 2×10^{-7} Torrの真空度で行なわれた。

この装置を用いて、Si単結晶の(220)面から放出される光電子の入射角依存性をしらべた。**Fig. 2**は(＋、－)平行配置においてCuK α 線に対して第1、第2結晶とも220対称反射させたとき、X線の回折強度およびほとんどエネルギー損失をうけずに結晶表面はほぼ垂直方向に放出されたSiのK光電子(6.2 keV)の収量の入射角依存性を同時に測定した結果である。X線の回折強度はNaIシンチレーションカウンターで測定し、第2結晶から放出された電子は分解能1.5%の127 $^\circ$ 静電偏向型の電子エネルギー分析器でエネルギー分析したのちチャネルトロンで検出した。回折強度曲線(**Fig. 2**(a))は対称な形をしており、その半値幅は6.3秒で動力学的回折理論による計算結果とよく一致している。これに対して光電子の収量(**Fig. 2**(b))はブラッグ角の低角度側で最小、高角度側で最大になる。また、回折条件からはずれにしたいがい、回折条件をみたさないときの普通の収量

* 第19回真空に関する連合講演会において講演(14p-11)

** 東京大学生産技術研究所(東京都港区六本木)

*** 日本真空技術K.K.(神奈川県茅ヶ崎市萩園)

Fig. 1 Plan view of the double-crystal, vacuum X-ray diffractometer.

Fig. 2 (a) Variation of the intensity of diffracted X-rays with the glancing angle of X-rays. The origin of abscissa is taken at the Bragg angle corrected for refraction.

(図の破線)に漸近的に近づく。このような変化の様子は動力学的回折理論に基づいた計算(図の実線)とよく一致し、結晶表面から放出される光電子の収量は、結晶

Fig. 2 (b) Variation of the yield of silicon *K*-photoelectrons emitted without energy loss.

表面付近（放出電子の脱出深さ程度）の原子の位置におけるX線の波動場の強さに比例するとして説明されることがわかった。

次に、Si (220) 面に610 Åの厚さの酸化層を形成させた試料を用いて同様な実験を行なった。ほとんどエネルギー損失をうけずに結晶表面から放出されるSiのK光電子(6.2 keV)と、非弾性散乱により200 eVのエネルギー損失をうけて結晶表面から放出されるSiのK光電子(6.0 keV)について、それぞれの収量のX線の入射角に対する依存性をしらべた。Fig. 3に示すように2つの場合で入射角依存性に明らかな差があらわれた。

SiのK光電子(6.2 keV)の脱出深さは100~150 Å²⁾と思われるので、6.2 keVのエネルギーをもつ光電子のほとんどは表面酸化層中のSiから放出されたものと考えられる。実際、Fig. 3(a)に見られるようなブラッグ角の付近で光電子の収量が最大になるということは、酸化層がアモルファスな構造をもつことから説明される。これに対して、エネルギー損失をうけて結晶表面から放出される電子は一般に、エネルギー損失をうけずに結晶表面から放出される電子よりも深い所で励起されると考えられる。Fig. 3(b)に示されたように、エネルギー損失をうけた光電子(6.0 keV)の収量は、酸化層のない場合(Fig. 2(b))と同様に、ブラッグ角より低角度側で最小、高角度側で最大になる。このことから6.0 keVのエネルギーをもった光電子は、酸化層中のSiよりはむしろ酸化層の下単結晶中のSiから放出された光電子を多く含むと考えられる。

これらのことから結晶表面より放出される電子をエネルギー分析し、それぞれの電子の収量のX線の入射角に対する依存性をしらべることにより、結晶の深さ方向に関する構造の情報を得ることができるとされる。特に、エネルギー損失をうけない電子の収量の入射角依存性には、その電子の脱出深さ程度の深さにおける構造を反映した結果が得られる。結晶構成原子の吸収端近傍の波長のX線を使用すれば、100 eV程度のエネルギーをもつ光電子を励起することができるので、結晶表面の数原子層の構造に関する情報を得ることも可能であると思われる。また、単結晶表面に原子が吸着している場合に

Fig. 3 (a) Variation of the yield of silicon K-photoelectrons emitted from a silicon crystal with the oxide layer without energy loss.

Fig. 3 (b) Variation of the yield of silicon K-photoelectrons emitted from a silicon crystal with the oxide layer with energy loss.

もその吸着原子から放出される光電子などの収量の入射角依存性をしらべることにより、吸着原子の構造に関する情報が得られることが期待される。

〔文 献〕

- 1) S. Kikuta, T. Takahashi, Y. Tuzi and R. Fukudome: Rev. Sci. Instrum. **48** (1977) 1576.
- 2) M. Klasson, A. Berndtsson, J. Hedman, R. Nilsson, R. Nyholm and C. Nordling: J. Electron Spectrosc. **3** (1974) 427.