

TREXS を軸とした表面の複合実験環境の開発

○阿部 仁^{1,2,3}, 丹羽尉博¹, 武市泰男^{1,2}, 木村正雄^{1,2}

¹KEK 物構研, ²総研大高エネルギー加速器科学研究科, ³茨城大学大学院理工学研究科

化学反応の実時間観測では *in situ* XAFS 測定が広く利用されている。侵入深さの大きい硬 X 線を用いて表面観察を行うために、我々は、ガス雰囲気下での表面敏感なリアルタイム反応追跡法として、全反射 X 線分光法(TREXS, Total Reflection X-ray Spectroscopy)と名付けた手法を開発して来た [1,2]。測定した全反射スペクトルに反射と吸収を結ぶ Kramers-Kronig の関係式を用いることで“XAFS”スペクトルが得られ、通常の EXAFS 解析が可能である。また、高温かつガス中での *in situ* TREXS 測定では、TREXS スペクトルの Near Edge 領域を用いて表面反応を実時間観測することが出来る。例えば Ni 薄膜で、表面 NiO 層の Ni への還元反応を、表面感度~2 nm で観察可能である [2]。

さらに、表面反応を多面的に理解するため、TREXS と斜入射 XRD の同軸測定可能な実験環境の開発 [3]、表面分子種などを観測可能な赤外反射吸収分光法(IRRAS, Infrared Reflection Absorption Spectroscopy)を TREXS 実験環境に組み込む開発を行った [4]。これらの複合実験環境の構築と、Ni 薄膜表面の酸化還元反応の *in situ* TREXS + IRRAS 観測の現状について報告する。

Ni(30 nm)/Si wafer をテスト試料とし、その表面酸化反応の過程を TREXS と IRRAS で同時に *in situ* 測定したスペクトルを Fig. 1 に示す。解析結果は検討中であるが、Ni の酸化数(電子状態)の変化と、Ni 表面での化学種の挙動を同時に捉えられたものと考えており、TREXS 法の特徴的な使い方の一例である。数 nm 程度の表面層での反応とそれに関わる表面種の反応観察が可能であり、腐食や表面改質などの現象の理解に応用したいと考えている。

XAFS 測定は PF-PAC Nos. 2013G546, 2015G551, 2017G686 のもと行った。本研究は科学研究費補助金若手研究(A)JP16H05992 の助成を受けた。

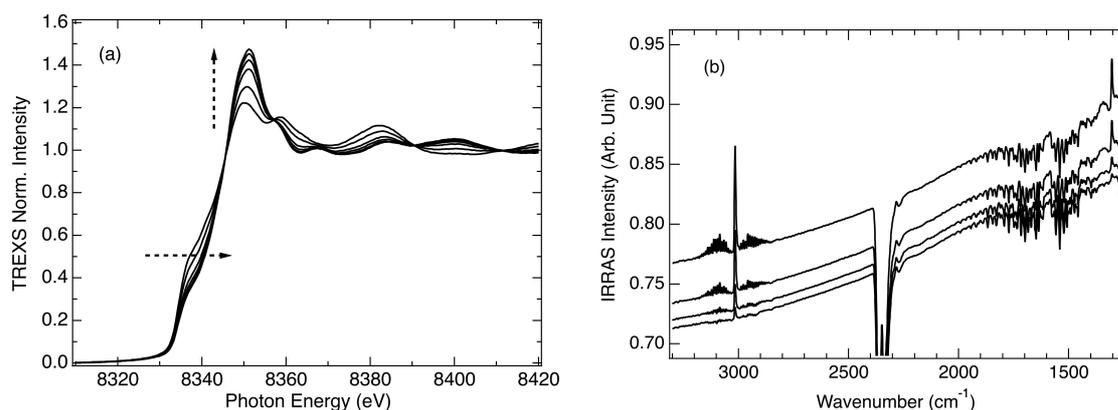


Fig. 1. (a) Ni(30 nm)/Si wafer の表面酸化反応を *in situ* TREXS 測定したスペクトル。(b) 同時に TREXS と直交する配置で測定した IRRAS スペクトル。

[1] H. Abe, *et al.*, *J. Phys.: Conf. Ser.* **502**, 012035 (2014).

[2] H. Abe, *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **55**, 062401 (2016).

[3] H. Abe, *et al.*, *Chem. Rec.*, **19**, 1457 (2019).

[4] H. Abe, *et al.*, *AIP Conf. Proc.*, **2054**, 040016 (2019).