

## BL25SU 軟X線固体分光

### 1. はじめに

BL25SUは、ツインヘリカルアンジュレータを光源とする共用の円偏光軟X線ビームライン（BL）であり、1998年の供用開始から現在まで固体物性分野を中心に各種軟X線分光研究が中心的テーマとなっている。2013B期の利用実験終了後、ナノ・マイクロビームの利用基盤整備を目的としたアップグレード改造を行い、2014A期のコミショニングを経て、2014B期から供用を再開した<sup>[1-3]</sup>。改造後のビームラインは、高いエネルギー分解能のマイクロビーム利用を推進するAブランチと、角度発散の小さい光学設計でナノビーム利用を推進するBブランチで構成した。以下では、利用課題実施状況、成果状況、および、機器整備の状況について報告する。

### 2. 利用課題実施状況

図1に、2017A期と2017B期における課題種別実施シフト割合を示す。2014A期から継続中のPU課題は、軟X線ナノビームの利用技術である走査型軟X線MCD顕微測定技術の開発とその先導的利用研究に関するものであり2017B期で終了となった。また、2015A期から継続中の長期利用課題が2件含まれている。一般課題が占める割合は2017年度平均で48%であり、2015年度（33%）、2016年度（37%）と比較して大幅に上昇した。

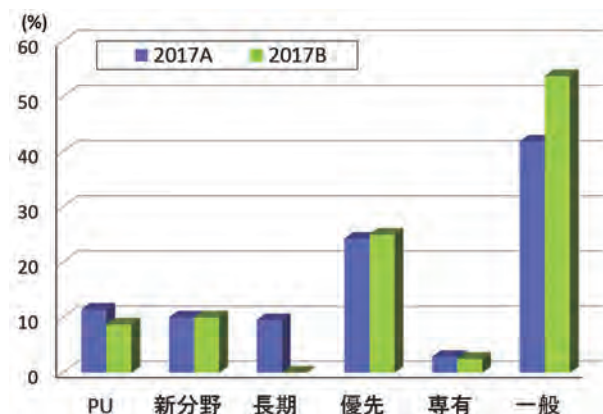


図1 2017A期、2017B期の課題種別実施シフト数の割合  
縦軸は、ユーザー実験の全シフト数に対するシフト数の割合(%)を表す。“PU”、“新分野”、“長期”、“優先”、“専有”、“一般”は、それぞれ、パートナーユーザー課題、新分野創成利用課題、長期利用課題、成果公開優先利用課題、成果専有課題、一般課題である。大学院生提案型課題は採択されなかったため省略している。

図2に各ブランチと各実験装置の利用割合を示す。Aブランチでは光電子分光装置と二次元表示型光電子アナライザー装置の利用が増えた。BブランチではPU課題、成果公開優先利用課題、新分野創成利用課題で利用された走査型軟X線MCD顕微鏡装置と電磁石式軟X線MCD装置の利用率が高い。また、両ブランチ共に装置の入れ替えが可能なフリーステーション利用が数件あり、積極的に新規測定法の開発が行われていることを裏付けている。

### 3. 成果状況

2017年度に出版された査読付き論文数は、2018年3月31日時点で25の登録(1998年～2017年度の総数は448件)であり、直前の5年間の平均と比較して同程度であった。

### 4. 光学系、および、実験装置の状況

#### 4-1 ビームライン光学系

2014B期のビームライン立ち上げから4年半に渡って定期的に光量の推移を評価してきた。これは前置鏡、回折格子などがビーム照射によって汚染し光量低下に繋がると懸念されたためである。しかしながら、最初期を除き目立った光量低下は観測されていない。一方で、季節や昼夜の気温の差によってビーム位置が変化し、実験に影響を及ぼす場面が見受けられた。ビーム位置の自動補正が必要と判断し、変位量を推定するための固定ゲイン高速アンプとデータレコーダーを準備した。2018年度にAブランチのビーム位置補正機能の運用を開始する予定である。

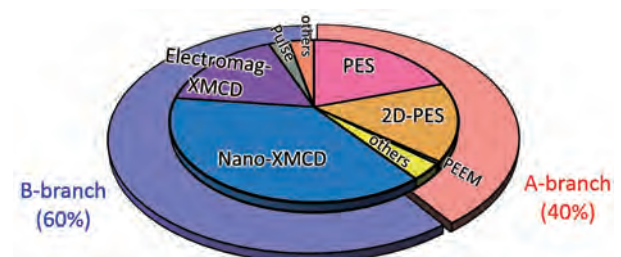


図2 2017年度におけるブランチと各実験装置の利用シフト数割合

PES (光電子分光装置)、2D-PES (二次元表示型光電子アナライザー装置)、PEEM(光電子顕微鏡装置)、Nano-XMCD (走査型軟X線MCD顕微鏡装置)、Electromag-XMCD (電磁石式軟X線MCD装置)、Pulse (パルス強磁場軟X線MCD装置)を示す。また、Othersは一時的な持ち込み装置や開発中の機器の利用実験に相当し、ブランチ毎に集計した。

#### 4-2 二次元表示型光電子アナライザー装置 (A-branch 第1ステーション)

一度に $1\pi$  srの広角光電子放出角度分布を測定できる分析器の特徴を生かし、表面敏感光電子ホログラフィー<sup>[4]</sup>、円偏光共鳴光電子回折による原子軌道解析<sup>[5]</sup>、顕微光電子回折<sup>[6]</sup>など独自の手法開発を展開してきた。開発中の真空試料搬送スーツケースに対応するため2016年度に試料導入槽・搬送槽を一新したが、2017年度では、実際に真空試料搬送スーツケースを試料導入槽に接続した。2016年度に導入したグローブボックスは安定に稼働しており、2017年度においても大気暴露の影響を受けやすい試料の測定に有効に用いられた。利用研究の成果としては、SiO<sub>2</sub>/SiC パワーデバイス界面の窒素原子周辺の局所構造解析<sup>[7]</sup>などの応用研究が進んだ。継続的な保守により、装置は安定的に稼働している。

#### 4-3 光電子顕微鏡装置 (A-branch 第2ステーション)

光電子顕微鏡 (PEEM) 装置 (PEEMSPECTOR, ELMITEC GmbH) は、パルスレーザー等の外場励起と放射光を同期した時間分解測定を特徴として利用されてきた。これまで老朽化による結像系の電気絶縁性低下の対策を行いながら運用を続けてきたが、空間分解能など主たる性能の劣化も進んでいるため、2018A期をもって供用を終了することを決定した。

#### 4-4 光電子分光装置 (A-branch 第3ステーション)

2017年度に、マイクロビーム集光ミラーを備えた光電子分光装置を新たに導入した。本装置は2016年度までに開発した斜入射配置の光電子分光装置の基本的な配置を維持しており、BL25SUの旧光電子分光装置 (2013年度まで利用) と比較して約1桁高い信号強度での角度分解光電子分光 (ARPES) が可能である。また、試料表面に対して放射光が5°程度の角度で入射する条件においても、試料上で $\phi$  5~10  $\mu$ m程度の光スポットでの測定が可能となった。本装置は2018年度から共同利用を開始する予定である。

#### 4-5 パルス強磁場軟X線MCD装置 (B-branch 第1ステーション)

2017年度はパルス強磁場軟X線MCD装置の採択課題数が少なかったが、この実験ステーションは装置を退避できる機構を有するため、目的に応じて様々なアプリケーションを組み込むことが可能となっている。

#### 4-6 電磁石式軟X線MCD装置 (B-branch 第2ステーション)

本装置では低温測定、高温測定、電圧・電流印加測定

が選択可能である。これらと全電子取量法、部分蛍光取量法および透過法を組み合わせることで多様な実験環境を作り出せることが強みである。近年の微細な試料に対応するため、位置決め精度の高いマニピュレータへの更新が必要である。

#### 4-7 走査型軟X線MCD顕微装置 (B-branch 第3ステーション)

本装置は、元素戦略プロジェクト<磁性材料研究拠点>の助成を受けて開発された。2017年度にはチャンネル間絶縁型のデータ収録器と低ノイズ電流アンプを整備し、よりノイズレベルの低い環境で放射光実験を実施した。また、研磨試料の観察において表面のラフネスが影響し、微小な吸収コントラストを検出できない問題があった。そこで高精度研磨が可能となるように自動精密試料表面研磨装置を導入した結果、明瞭な吸収コントラスト、MCDコントラストを得ることに成功した。さらに、ビーム照射時のカーボンコンタミネーションの除去および抑制のために、オフラインでのオゾンアッシング表面改質処理が有効であることを見だし、大気暴露された薄膜試料でも長時間に渡ってX線吸収強度が低下しない安定した測定が可能となった。また、高性能化として温度可変試料ロッドの開発を進めた。2018年度には温度依存測定ができるように周辺整備をしていく予定である。

#### 参考文献

- [1] 中村哲也ら：SPring-8利用者情報、19 (2014) 102-105.
- [2] 中村哲也ら：SPring-8/SACLA 利用研究成果集、3 (1) (2015) 186-200.
- [3] Y. Senba *et al.*: *AIP Conference Proceedings* 1741 (2016) 030044.
- [4] F. Matsui *et al.*: *Sci. Rep.* 6, (2016) 36258.
- [5] F. Matsui *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* 114, (2015) 011501.
- [6] K. Sugita *et al.*: *e-J. Surf. Sci. Nanotechnol.* 14, (2016) 59.
- [7] D. Mori *et al.*: *Appl. Phys. Lett.* 112, (2018) 131603.

JASRI 利用研究促進部門

分光解析IIグループ

小谷 佳範、室 隆桂之、大河内 拓雄、中村 哲也

光源基盤部門

光学系・輸送チャンネルグループ

大橋 治彦、仙波 泰徳