

## ユーザーとスタッフの広場

### 日本放射光学会第二回若手研究会 「顕微分光のフロンティア」に参加して

#### ◇ユーザー受賞記事

放射光科学第二研究系 仁谷浩明

#### 藤田 誠氏 第7回江崎玲於奈賞を受賞

9月27日、江崎玲於奈賞、およびつくば賞・つくば奨励賞の授賞式がつくば国際会議場にて行われました。江崎玲於奈賞は国内の研究機関においてナノサイエンスあるいはナノテクノロジーに関する研究を対象とし、(財)茨城県科学技術振興財団、つくばサイエンス・アカデミーが主催しているものです。

第7回となる今年は、自己組織化によるナノ構造物質創成の先駆的研究で東京大学大学院工学研究科・応用化学専攻の藤田誠(ふじた まこと)教授が受賞されました。自然界ではDNAがひとりで相手の鎖と二重らせん構造を作るように、複雑な高次構造が自発的に生成します。藤田教授は、このしくみを利用して、人工的に分子の集合体を自発的に構築させる研究に長年取り組んでいます。そしてそれらの構造体の構造解析には、KEK放射光科学研究施設(フォトンファクトリー)が重要な役割を果たしています。

本研究の解説は過去News@KEKでも紹介されています。特に、人工的に作った分子では世界最大級の72個の構成成分から成る球状物質は国際的に注目を集め、今回の受賞にもつながりました。



授賞の喜びを語る藤田氏

2010年8月3日から2日間にわたり日本放射光学会第二回若手研究会が東京大学にて開催されました。この若手研究会は昨年からはじまり、第一回の2009年は大阪大学にて「X線ナノ集光技術研究会」と題して開催されておりました。第二回はJASRIの小嗣真人さんを中心に「顕微分光のフロンティア」というテーマでの開催となりました。二年連続で“ナノ”、“顕微”といったキーワードが選ばれたということは、ユーザー側から見れば物質のミクロな構造を詳しく解析したいというニーズが高いということであり、一方で施設側からすればFELやERLといった次世代の光源、または現施設のアップグレードの方向性を決める上で注目されているキーワードであることが伺えます。私自身はPFにおいて硬X線XAFSビームラインを担当していますが、最近はユーザーから数十マイクロン、場合によってはサブマイクロンオーダーの分解能でのXAFS測定をしたいとの声もよく聞きます。今回の研究会に参加することで実際にユーザーとしてはどのようなX線もしくは測定装置を必要としているのかを調査し、施設としてどのような工夫ができるのか考えてみる機会にしたいと思いました。

研究会当日は大変な猛暑でしたが、開会前から会場には多くの人が集まっていました。プログラムは尾嶋放射光学会会長の「外も暑い、会場内ではさらに熱い議論を」との挨拶から始まりました。今研究会は事前登録だけで93名と前回第一回の参加者90名をすでに超えていたとのことで、尾嶋会長の言葉通り熱い議論が繰り広げられました。両日とも前半は研究発表のセッションであり、顕微分光技術、次世代光源、ナノ磁性・スピントロニクス、磁気イメージング技術に関する計18件の発表が行われました。今研究会の話題の中心はPEEM(Photoemission Electron Microscopy)技術でしたが私はこの分野の知識はあまりありませんでしたので、この研究会を通じてPEEMの測定技術の現状や、求められているX線の輝度、AFMや



日本放射光学会第二回若手研究会参加者の集合写真



放射光 MVP 賞授賞式の様子

STEM といった他の顕微技術との比較など非常に多くの新しい知識を得ることができました。中でも一番興味を持ったのが STXM (Scanning Transmission X-ray Microscopy) に関する話題でした。この手法はナノビームの走査により吸収コントラスト像を得る手法であり、私が日頃行っている XAFS 測定と原理は同じであります。驚いたのは日本には STXM の実験ステーションが1つも無いということでした。本研究会で発表されていた STXM ユーザーの方々は「日本の施設にも STXM 装置を導入してほしい」と必ず訴えていたのが印象的でした。先述のように XAFS ユーザーからもマイクロビーム、ナノビームの必要性を聞くことも多々あり、両者が必要としているシステムは最終的には同じものなのではないかと考えると、今後の XAFS 実験ステーションの発展として STXM のような顕微手法の可能性も考慮すべきであると考えさせられました。

また、今研究会のプログラムの特徴として、両日後半は研究発表のセッションとは別に“Espresso”と題したセッションが設けられていました。一日目は「ニーズ話題提供 Espresso」ということで、メモリー素子やナノ磁性体、カーボンナノチューブ、毛髪組織さらには隕石まで実際の開発・研究現場でどのような手法で研究が進められて、どこに問題点があるか、またどのような顕微技術がその解決に必要であるかなど、実際のユーザーからの様々なニーズの発表がありました。これに対し二日目は、「シーズ話題提供 Espresso」と題したセッションが開催され、広角対物レンズを用いた顕微光電子分光装置や硬 X 線 PEEM 等の紹介がなされました。一日目のニーズ発表の中で示された疑問点に対する回答などもやりとりがあり、非常に効果的なセッションの組み方であったと感じました。研究会の Web ではすでにアンケート結果が公表されていますが、この中に“放射光顕微技術の利用に向けてどのような支援が必要ですか?”という設問があります。回答の上位を見ると、情報提供、相談窓口、実験・解析支援とあることから施設で働く人間として積極的な情報発信が重要であることを再確認しました。

最後に、今回から“放射光 MVP (Most Voted Presenter) 賞”が新設され、研究会参加者の投票により齊藤彰さん(阪大)、藪田ひかるさん(阪大)、甲野藤真さん(産総研)、久保淳さん(筑波大)、大河内拓雄さん(JASRI)の5名が受賞されました。

## 「放射光基礎講習会」に参加して

放射光科学第一研究系 酒巻真粧子

残暑厳しい8月17-18日、東京大学本郷キャンパスで行われた第2回放射光学会 放射光基礎講習会「入門者のための放射光技術」に参加しました。10時開始の5分程前に会場の工学部5号館52号講義室に着きましたが、既に大勢の参加者で席が埋まっていました。学生や企業、研究所の方々が同じくらいの割合で参加されていたようで、幅広い年齢層が見られました。立派な講義ノートを受け取り、その場で「放射光ビームライン光学技術入門」を購入し、講義に臨みました。

放射光学会会長である尾嶋先生の挨拶からはじまり、続いて JASRI の大橋先生から、本講習会の目標についてご説明いただきました。目標は「放射光を使いこなすための基礎知識を得ることによって、ビームライン技術者とユーザーが共通言語を使えるようにする」ことで、「自分の研究ではどのような光の特性が必要なのかを、その言語を使って施設担当者にぶつけて欲しい」という明快なメッセージをいただきました。ビームライン技術は大変難しく、敷居が高いという印象を持っている参加者が多かったようですが、このメッセージを聞いて納得する姿が多く見られました。

その後、理研・播磨の田中先生から「光を作る」と題した講義があり、相対性理論や放射光源についての非常に基礎的なお話から、放射光活用に必要な実用知識、最後に次世代光源についてのお話をいただきました。最初から最後まで非常に興味深く面白い講義でした。特に自分の研究はアンジュレータビームライン BL-16A における作業が中心なので、今さらではありますが、放射光源の比較やアンジュレータ放射の特性について、多くの知識が得られたことは非常に有意義でした。基礎知識に関しては、新しい知識に加え、正しい意味を知らずに普段なんとなく使っている用語の説明を聞くことができ、解釈の補正をすることができました(例えば、時間的(あるいは空間的)にコヒーレントであるとは?など)。そんなに難しい式を使うことなくわかりやすい講義をして下さったので、初心者向けの講習として大変親切だったと思います。



図1 講義中の様子(東大 尾嶋先生からいただきました)



図2 技術交流会の様子 (JASRI 木村先生からいただきました)

お昼は東大生協の中央食堂で食べました。お盆休み直後にも関わらず、多くの学生や教員の方々が賑わっており、自分も学生時代に戻った感覚で気分よく食事をとりました。

午後前半は分光器の話で、X線と真空紫外・軟X線領域に分けて講義が行われました。前半ではJASRIの山崎先生より分光結晶の駆動機構、結晶の材質や特性、特に熱負荷の問題と冷却機構について詳しい説明をいただきました。後半ではPFの雨宮先生より、まずミラーによる集光と平行化についての説明をいただいたあとに、回折格子を使った光の単色化の原理と利用例について、非常に系統だったわかりやすい講義をいただきました。回折格子の役割は「波長を角度に変換すること」、回折格子を用いた光の単色化の原理は「分散と集光」であるなど、イメージしやすい簡単な言葉で説明されたので、皆さんの記憶に強く残っていると思います。また、分解能や強度・純度を上げるためのポイントを、多くの経験に基づいた理路整然とした理屈に沿って説明されたので、大変勉強になりました。

続いて午後後半は「光の形を整形する」と題してミラーと回折・屈折素子を使った集光技術についての講義でした。それぞれの長所と短所を相補するように用途に応じて使い分けており、またそれぞれの特性や仕組みも全く異なるので情報量が非常に多く、時々フォローできないところもありました。このへんの話は再度ノートを見直す必要があるようです。

初日の講義後18時から同じ棟で技術交流会がありました。実は自分は出席する予定では無かったのですが、たくさんの方とお寿司に魅せられ参加することにしました。尾嶋先生による乾杯の後、講演者の方々がたくさんの相談者に囲まれて熱心にお話されているのが印象的でした。自分は尾嶋先生やJASRIの木村先生、大学時代の先輩たちとお話でき、とても楽しい時間が過ごせました。

2日目の講習はXAFSや光電子分光、タンパク質結晶構造解析やX線自由電子レーザーについての講義でしたが、残念ながら参加することが出来ませんでした。ビームライン技術については現場で学ぶことが圧倒的に多いので、落ち着いて学べる講習会は大変ありがたいです。この場をお借りして尾嶋先生をはじめとする放射光学会関係者の方々にお礼申し上げたいと思います。

## 日本 XAFS 研究会夏の学校に参加して

放射光科学第一研究系 丹羽尉博

2010年8月5日～7日に日本XAFS研究会主催の「日本XAFS研究会夏の学校」が開催されました。これまでも合宿形式でのXAFS関連の勉強会を開催しようという話は何度もあったのですが、日本XAFS研究会企画幹事の山本孝先生(徳島大学)と木村正雄氏(新日本製鐵(株))の音頭で今回が満を持しての第一回目の夏の学校となりました。第一回目の夏の学校では「若手(含む自称)への啓蒙や新規ユーザー拡大のために、通常の学会やXAFS討論会では取り上げにくいような内容を自由な雰囲気でのフリーディスカッションできる場を提供する」という趣旨で2泊3日の合宿形式で行われました。会場となったのは京都市左京区の関西セミナーハウス。このセミナーハウスは宿泊施設を併せ備えた研修施設で、大小様々な会議室に加えなんと能舞台や茶室までが備えられており、まさに「京都」を感じさせてくれる施設でした。またここは京都市の歴史的風土特別保存地区に位置した閑静な環境で、徒歩圏内に曼殊院、修学院離宮、詩仙堂、一乗寺下り松などの名跡がある大変ぜいたくな立地条件でした。今年の夏は全国的に大変な猛暑で夏の暑さで有名な京都も御多分に洩れず大変な酷暑であったにも関わらず、学生、大学関係者、企業関係者合わせて57名の参加者が集いました。プログラムは以下のとおりです。

### 1日目 (8月5日)

- 13:00 参加受付
- 14:00 講義：EXAFS 解析における落とし穴  
(立命館大学 渡辺巖氏)
- 15:45 自己紹介(参加者全員による簡単な自己紹介)
- 18:00 夕食
- 20:00 XAFS データ解析の実習(事前課題の提供と回答講義)  
(名古屋大学 田淵雅夫氏)

### 2日目 (8月6日)

- 9:00 話題提供：私がXAFS研究に取り組み始めた際の悩み  
(KEK-PF 丹羽尉博)
- 10:30 講義：XAFS 解析の実際  
(北海道大学 朝倉清高氏)
- 12:00 昼食
- 13:30 若手参加者からの口頭発表  
XAFSによるCu(In, Ga)Se化合物の構造の解析  
(龍谷大学 山添誠司氏)  
XAFSによるFe酸化物の還元挙動解析  
(新日本製鐵(株) 高山透氏)  
XAFSを用いた鈴木-宮浦カップリング反応におけるトランスメタリ化反応中間体の推定  
(京都大学 朝倉博行氏)

炭素-炭素結合形成反応に有効な Ru 種の局所構造解析

(京都大学 三浦大樹氏)

XAFS を用いた Cu 錯体内包 Y ゼオライト触媒の局所構造解析

(神戸大学 井上賀貴氏)

デンドリマー内包サブナノ Pd クラスターの調製と水素化触媒能

(大阪大学 水垣共雄氏)

放射線廃棄物関連酸化物の XAFS による評価

(徳島大学 沼子千弥氏)

16:30 XAFS CAOS の頃 (白岩俊男氏)

18:00 食事, 懇親会

20:00 パネルディスカッション:

事前に募集した話題・質問への情報提供

パネリスト: 渡辺巖氏, 朝倉清高氏, 田淵雅夫氏, 谷田肇氏, 丹羽尉博

### 3 日目 (8 月 7 日)

9:00 話題提供: ビームライン担当者の立場からのアドバイス

(京都大学 谷田肇氏)

10:00 話題提供: 気相・液相中における Pd/ ゼオライト触媒の *in situ* XAFS による構造解析

(鳥取大学 奥村和氏)

11:00 総合討論

12:00 解散

今回の夏の学校では大きく分けて、講師の先生による講義、話題提供、実習、若手参加者による研究発表、全員がざっくばらんに質問できるパネルディスカッションの5つの企画が催されました。渡辺巖先生(立命館大学)、朝倉清高先生(北海道大学)による講義ではいわゆる教科書的な勉強やサイエンスの話ばかりではなく、講師の先生方がご自身の研究で実際に扱われた生きたデータや資料を教材として提示して頂き、講師の先生ご自身が実際にそのデータを解析する際に注意したこと、苦労されたことなどをもとに極めて実践的なお話をして頂きました。田淵雅夫先生(名古屋大学)による解析実習では数週間前にあらかじめ実習用の課題が与えられ、実際に先生が壇上で解析を行うことで回答を示すという形で実施されました。与えて頂いた課題のデータもやはり先生がご自身の研究で実際に測定されたもので、解析がなかなか難しく、講習会などでよく使用されるような理想的なサンプルとは一味違う骨のあるものでした。しかしこのような一筋縄ではいかない難しいデータを解析する際に、先生方がどのようなテクニックを駆使しているのかを知ることが出来るのは、学生さんや若手研究者にとっては大変な収穫だったのではないのでしょうか。話題提供では僭越ながら著者も話題提供者の一人として、XAFS 研究を始めたばかりで右も左も分からなかった頃失敗したことや、疑問に思っていたことなど聴



参加者の集合写真

を忍んで話させて頂きました。白岩俊男先生には「XAFS CAOS の頃」というタイトルで、日本における XAFS を用いた研究の黎明期や XAFS 理論の発展の歴史など貴重なお話を伺うことができました。谷田肇先生(京都大学)の話題提供では元ビームライン担当者という立場からのアドバイスということで、実験および解析手法的なことのみならず、どのような課題申請書を書くべきか、というある意味では XAFS 実験を行う上で最も重要なことに関するお話を頂きました。奥村和先生(鳥取大学)には XAFS を用いたパラジウム触媒の研究に関する大変興味深い話題を提供して頂きました。この中には Quick XAFS や Dispersive XAFS による時間分解 XAFS を用いた *in situ* 測定のデータも含まれており、*in situ* 実験で実際に苦労された点などを伺うことが出来ました。今後時分割測定を行おうと考えている方にとっては、実際の測定の雰囲気や少しでも感じられる講演であったと思います。若手参加者による研究発表ではいわゆる学会発表とは違い、まだ XAFS は測定していないけれどこれから XAFS を測定したいとか、今 XAFS 解析のここで躓いているといった発表もあり、発表者にとっては経験豊富な講師陣や、同様の研究を行っている他の参加者から多くのアドバイスを与えられ非常に有意義だったのではないのでしょうか。2 日日夜に行われたパネルディスカッションでは全員がビールを片手に(!?)かなりざっくばらんな雰囲気の中で事前に募集した話題・質問に対してパネリストが適宜回答してゆくというものでした。話題の多くは自分が苦労している解析や測定についてであり、その質問に対して百戦錬磨の先生方が丁寧に回答してくれるというのは大変贅沢な時間だったと思います。一日の講義が終わってもいつでも講師の先生を捕まえて時間の制限なく質問、議論できるというのは、このような合宿形式ならではのメリットでしょう。また連日誰が言い出すわけでもなく宿泊施設の一角に参加者が三々五々参集し、盛大な宴会が始まっていました。老若男女入り乱れて様々な議論が展開されていましたが、これも合宿効果でしょうか、通常の学会の際の懇親会、二次会と違い、全員がかなり打ち解けた雰囲気であると感じました。このように、2泊3日に亘って XAFS に関する熱い議論が出来たこ

とが評価に値するという事は言うまでもありませんが、寝食を共にし議論することで気心が知れ、新たなヒューマンネットワークの構築が出来たことが何よりも意味深く、若手研究者にとっては良い財産になったのではないのでしょうか。著者自身にとっても大変良い財産になったのは間違いなく、このような企画に参加することができて本当に良かったと思います。

最後になりましたが、この夏の学校を企画し大成功に導いて下さった山本孝先生、木村正雄氏、また3日間に亘って会場係として活躍頂いた徳島大学山本研究室の学生の皆様にこの場を借りて心より感謝申し上げます。次回の夏の学校は徳島大学の沼子千弥先生の企画で来年実施される予定と聞いております。来年も大変楽しみです。

## 界面計測のための高効率・高分解能光電子分光装置の開発

東京大学大学院工学系研究科  
豊田智史, 堀場弘司, 組頭広志, 尾嶋正治

### 1. はじめに

量子ナノ分光グループでは、主に機能性酸化物界面の電子状態計測を目的としてBL-2Cに角度分解光電子分光装置を設置して研究を行っています。装置はユーザーの競争的資金で建設され、維持管理などは尾嶋研究室のメンバーが行っています。2002年頃からレーザー分子線エビタキシー（レーザー MBE）法により作製した酸化物薄膜の *in-situ* 光電子分光解析システムが開発され、この分野のパイオニアとして酸化物ヘテロ界面の研究をリードしています。また、「高エネルギー分解能 & 高フラックス」ビームラインである BL-2C と角度分解光電子分光を組み合わせることにより、高誘電率 (high- $k$ ) ゲート絶縁膜における化学結合状態の深さ方向プロファイリングなどの先駆的な研究を行ってきました。しかしながら、建設当時では画期的であった本装置も、世界各国の第三世代放射光施設における軟X線光電子分光技術などの進展に伴い、システムの古さが目立ってきました。そこで、高性能と使いやすさを両立させた新たな光電子分光装置の建設をスタートさせました。主な達成目標は、

- 1) 高エネルギー分解能で高効率な（高 S/N 比の）測定を可能にすること、
  - 2) 「界面計測」に主眼をおいた装置レイアウトを取ることにより、角度分解測定時における検出効率を大幅に向上させること、
  - 3) 装置移設の手間を省くために、装置一式を架台に組み込み（All-in-one 架台）ホバークラフトによる装置移動を可能にすること、
  - 4) 使いやすい「ユーザーフレンドリーな」装置を目指して測定自動化、および解析ソフトの整備を進めること、
- です。

### 2. 実験装置レイアウト

図1に開発した角度分解光電子分光装置の概略図を示します。酸化物薄膜の作製装置（レーザー MBE 成膜装置）や試料搬送システムは従来のものを踏襲しました。主な改良点はメインチェンバーで、光電子分光アナライザーに VG Scientia 社の高分解能アナライザー（SES2002）を、試料駆動に AVC 社の 5 軸マニピュレータ（*i-GONIO*）を新しく用いました。これらの詳細は後述いたします。チェンバー下部には、 $10^{-10}$ ~ $10^{-11}$  Torr 台の超高真空を保持するため磁気浮上型ターボ分子ポンプ、イオンポンプ、サエスゲッターポンプを取り付けています。また、図中には示されていませんが、装置架台の下部にホバークラフトによる移動システムを搭載しています。以前は、ビームタイムごとに装置をすべて分解して、ビームライン架台の上で組み直す作業が必要でした。そのため、せっかくビームタイムが確保出来ても最初の1週間は装置の組み上げやベーキングに追われ、ビームタイムを無駄にしていました。そこで、全ての装置とコントローラを架台に組み込むことで、架台ごと光電子分光装置を移動するシステム（All-in-one 架台システム）に改良しました。All-in-one 架台の移動中においても、イオンポンプでバックアップを取ることで、 $10^{-10}$ Torr 台の超高真空を保つことが可能です。ビームラインに設置後は、ビームラインとの接続排気ダクトを用いることで、ほぼビームタイムの始まりと同時に実験が開始できます。これにより、移設作業の省力化とともにビームタイムも効率的に使用することができるようになりました。なお、ホバークラフトはユーザー共用架台および発光分光器用架台にも取り付けられており、ユーザータイム交代時の装置移動がかなり簡便に進むようになっています。

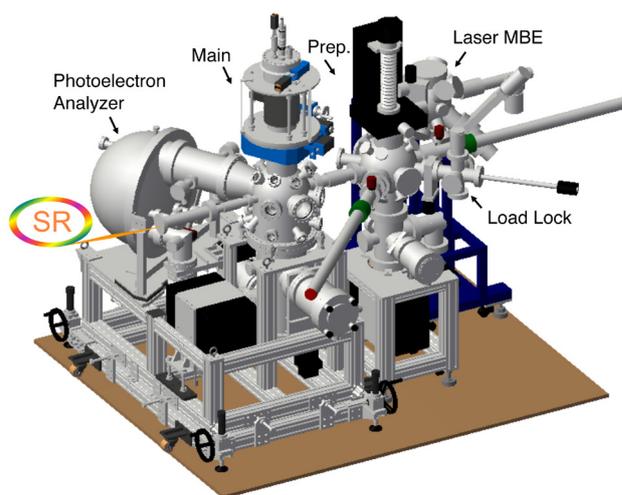


図1 新しく開発した *in-situ* 角度分解光電子分光装置。メインチェンバー、プレップチェンバー、ロードロック、レーザー MBE 成膜チェンバーの4槽から構成され、それぞれ超高真空で連結されている。全ての装置とコントローラは架台に組み込まれており、ホバークラフトにより架台ごと光電子分光装置を移動できる（All-in-one 架台システム）。

### 3. エネルギー分解能の向上

新しく立ち上げた光電子分光装置では、従来の装置（VG Scienta 社 SES100）と比較して、エネルギー分解能が格段に向上しました。図2に示すように、金のフェルミ端スペクトルをフィッティングして評価したところ、光エネルギー 600 eV におけるエネルギー分解能は 62 meV でした。これまではどうしても 100 meV を切ることはできなかったため、大幅なエネルギー分解能の向上が実現できたといえます。SES2002 では光電子の軌道半径が 200 mm であり、従来の装置の 100 mm と比べてアナライザー自体のエネルギー分解能が2倍になります。さらに、検出器として二次元ディテクターを使用しているため、そのスケールメリットの関係上、検出効率としても一桁程度明るくなっています。そのため、ビームラインのスリットを締めても十分な S/N 比のスペクトルを得ることができるようになったことで分解能が向上したと考えられます。他のエネルギー領域でも分解能評価したところ、BL-2C の光エネルギー範囲 400-1200 eV で、 $E/\Delta E = 10,000$  程度の世界最高レベルの分解能が達成されています。また、フラックスの観点からは、軟X線領域の光電子分光装置としては SPring-8 の光電子分光装置を凌駕します。「えっ!?!」と思われた読者の方もいるかと思いますが、これは、「光が広がっているために輝度は低い、フラックス自体は高い」といった PF の光の問題をカバーするために、アナライザーの視野（試料上の検出している領域）内に BL-2C から光スポットが全て収まるように装置設計したためです。これにより 800 eV 以下の領域では、測定効率として SPring-8 と比較して一桁高い性能が得られています。

図3に Si 基板上に作製した 1.0 nm SiO<sub>2</sub> 膜からの光エネルギー 800 eV における Si 2p 内殻光電子スペクトルの測定例を示します。横軸は基板からのシグナルを基準として相対結合エネルギーの値として規格化しています。SES2002 で測定すると、Si 基板からのシグナル (Si<sup>0</sup>) の 2p<sub>3/2</sub> と 2p<sub>1/2</sub> スピン軌道成分がきれいに分裂している様子が見て

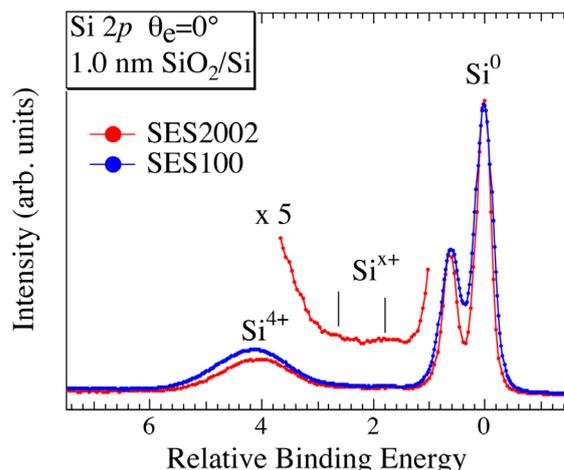
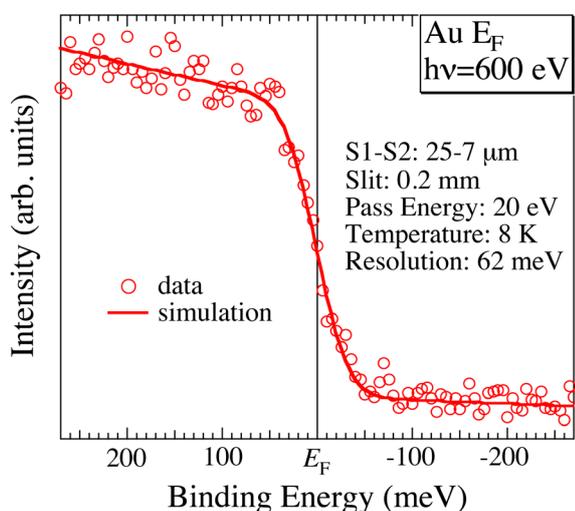


図2: SES2002 光電子アナライザーを用いて測定した金のフェルミ端スペクトル。

図3: Si 基板上に作製した 1.0 nm SiO<sub>2</sub> 膜からの Si 2p 内殻光電子スペクトル。

取れます。また、相対結合エネルギー 2 eV 付近を拡大してみると、サブオキシド (Si<sup>X+</sup>) も観測できております。これは SiO<sub>2</sub> と Si 基板の界面において極微量に分布する成分ですが、スペクトル形状から成分の存在を確認できます。このようなスペクトルは積算時間 1 分くらいで取得でき、非常に高効率な界面計測が可能となっています。

### 4. 角度分解測定のス/N 向上

角度分解光電子分光はよく知られた手法で、光電子の出射角度を変えることによって脱出深さを変化させることができ、薄膜の構成元素の深さ方向分析を行うことが可能です。しかしながら、検出角度依存性のデータはばらつきが多いため、できるだけ S/N 比の良いスペクトルを短時間で取得する必要があります。そこで、角度分解データを効率良く取得するため、2軸の回転が可能なマニピュレータを用いることにしました。マニピュレータの垂直軸に対する方向 ( $\theta$ ) の回転に加えて、入射光の軸に沿って傾斜させ

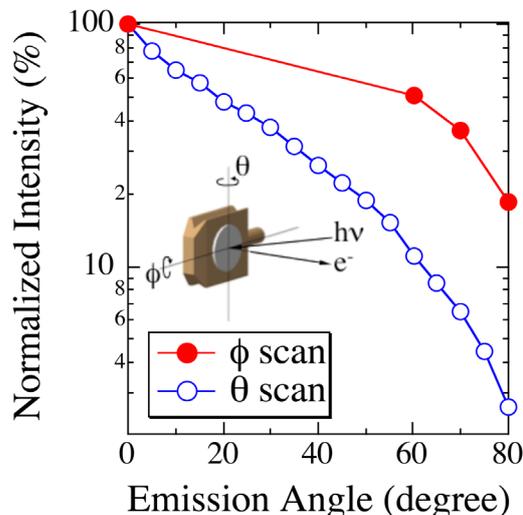


図4: 規格化した Au 4f 内殻準位スペクトル強度の光電子検出角度依存性。図中内部に光電子分光測定時の極角 ( $\theta$ ) および傾斜角 ( $\phi$ ) の幾何学的配置を示す。

る方向 ( $\phi$ ) の回転もでき、これにより光の入射方向を斜入射条件に保ったまま角度分解測定が可能となります。図4に、 $\theta$ 回転と $\phi$ 回転で Au 4f内殻光電子強度の角度分布を評価した結果を示します。光電子放出角度は垂直放射方向を基準 ( $0^\circ$ ) としています。それぞれの方式で光電子強度減衰の度合いを調べたところ、 $\theta$ 回転では検出角度  $60^\circ$  で  $1/10$ 、 $80^\circ$  で  $1/30$  程度まで減衰します。これは検出角度を大きくすると光が直入射条件に近づくためであると考えられます。一方、 $\phi$ 回転では、 $60^\circ$  で  $1/2$ 、 $80^\circ$  で  $1/5$  程度であり強度の減衰を抑制できていることが見て取れます。複雑な構造試料の深さ方向分布を解析するためには、高検出角度条件でのデータを S/N 良く取得する必要があるので、 $\phi$ 回転の条件がより効率の良い測定であると言えます。このように BL-2C の性能にマッチした装置レイアウトを採用することで、界面計測においてアナライザーの検出感度向上と合わせて一桁から二桁程度の検出効率向上を達成しました。

## 5. 使いやすさの向上

本装置は様々なユーザーが使用することを考慮して、「高性能を使いやすく」することに関しても配慮しています。具体的には、CCD カメラを用いて試料の状況をモニターしながら試料搬送や測定を行うことや、ステッピングモーターによって試料を自動的に測定位置まで再現性よく移動できるようにしています。試料を評価槽に搬送してしまえば、後は机の上で位置合わせや角度分解測定などの操作が可能となっています。また、解析ソフトやマクロの整備も行っており、数百本の角度分解スペクトルのフィッティング解析なども数分程度で処理できます。これらに関してはまだまだ改良の余地はあると思いますが、ユーザーグループの皆さんとのやりとりを通じながら、できるだけ簡便で効率よく成果を出していけるような工夫をしていきたいと考えております。

## 6. まとめ

以上、新しく開発した角度分解光電子分光装置について簡単に報告しました。現在のスペックをまとめると、以下のようになります。

1. 光エネルギー範囲 : 300 - 1400 eV
2. 最高エネルギー分解能 :  $E/\Delta E=10,000$  (実質的な角度分解測定としては  $E/\Delta E=5,000$  程度)
3. 試料温度 : 10 - 400 K
4. 角度分解能 :  $< 0.1^\circ$
5. 角度範囲 :  $\theta$  回転 任意,  $\phi$  回転  $-10^\circ \sim 90^\circ$
6. 真空度 :  $2.0 \times 10^{-10}$  Torr 以下
7. 2軸試料角度走査による軟X線角度分解光電子分光によるフェルミ面マッピング, およびX線吸収分光の線二色性 (LD) 測定が可能
8. レーザー MBE 法により作製された酸化物薄膜などの *in-situ* 測定が可能

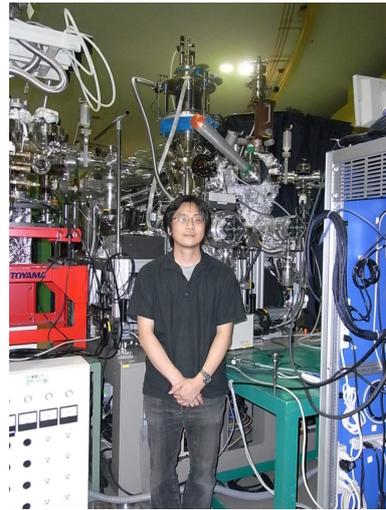


図5  
BL-2C ビームラインに設置した角度分解光電子分光装置と著者。

## 7. 謝辞

本光電子分光装置の開発に関しまして、尾嶋研究室のスタッフならびに学生の皆様の協力が不可欠でした。今後も、ビームラインスタッフの皆様、ユーザーグループの方々とも協力し、光電子分光実験の向上に努めてまいります。よろしくお願いたします。

本研究は、高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所放射光共同利用実験特別課題 (2008S2-003) の支援の下に行われました。また、本装置は下記の競争的資金により建設・運営を行っております。JST-CREST「超高輝度放射光機能界面解析・制御ステーション」(研究代表者: 尾嶋正治 2006 年度~2011 年度), 半導体理工学研究センター STARC 共同研究「High-*k* 絶縁膜の高分解能コンビナトリアル放射光解析」(研究代表者: 尾嶋正治 2004 年度~2009 年度), 科研費若手研究 A「強相関酸化物量子井戸構造のフェルミオロジー (A19684010)」(研究代表者: 組頭広志 2007 年度~2010 年度), 科研費基盤 A「遷移金属酸化物界面における新規強相関電子状態の放射光分光と探索 (A19204037)」(研究代表者: 藤森淳 2007 年度~2009 年度), JST さきがけ「ナノキャパシタ構造を用いた低環境負荷メモリの開発」(研究代表者: 組頭広志 2009 年 10 月~2013 年 3 月)。