

BL25SU 軟X線固体分光ビームライン

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期のコミッショニングを経て、2014B期から供用を再開した^[1-3]。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、2015A期と2015B期における課題種別実施シフト割合を示す。2014A期採択の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る。また、2015A期より長期利用課題2件、2015B期より新分野創成利用課題が開始された。一般課題の採択率は低い状態が続いている。

図2に各ブランチと各実験装置の利用割合を示す。2015年度における各ブランチの利用割合は概ね同程度となった。また、PU課題、成果公開優先課題、新分野創成



図1 2015A期、2015B期の課題別実施シフト割合。縦軸のスケールは、全シフト数（ユーザー実験80%と高度化調整ビームタイム20%の合計）に対するシフト割合(%)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（PU）課題、新分野創成利用課題、長期利用課題、成果公開優先課題、成果専有課題、一般課題を示す。

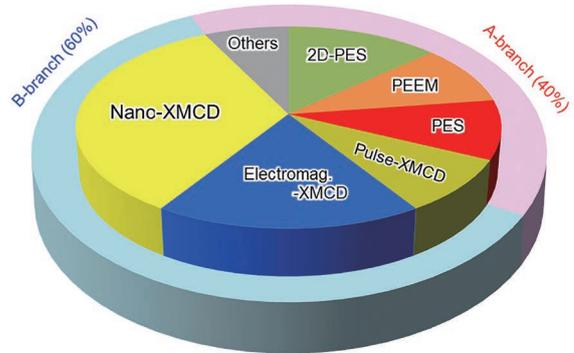


図2 2015年度におけるブランチと各実験装置の利用シフト数割合 (BL担当者調べ)。2D-PES (二次元表示型光電子アナライザー)、PEEM (光電子顕微鏡)、PES (光電子分光装置)、Pulse-XMCD (パルス強磁場軟X線MCD装置)、Electromag.-XMCD (電磁石式軟X線MCD装置)、Nano-XMCD (走査型軟X線MCD顕微鏡装置)。Othersは、一時的な持ち込み装置や開発中の機器の利用実験に相当する。

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。

3. 成果状況

2015年度出版された査読付き論文数は、2016年3月31日時点で17件の登録（1998年～2015年度の総数は382件）であり、直前5年間の平均と比較して約25%低下している。2014A期のコミッショニング期間が影響している可能性もあるが、直接要因は特定できていない。

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

従来Aブランチでは、改造前のビームラインで使用していた回折格子を再利用していたが、2015A期の終了後（夏期点検調整期間）に光学パラメーターを最適化した回折格子への更新を行った。さらに、この作業と並行して、光学ハッチ内の前置集光鏡やBブランチの回折格子についてオゾン洗浄を実施した。また、Bブランチにおいて、エネルギー校正に使用する標準試料交換器をモータ駆動化し、測定用PCからの制御で交換および位置合わせが可能になった。各ユーザータイムにおけるエネルギー校正が短時間で完了し、すぐに本測定に取りかかれる効果が生まれた。また、入射X線強度モニターとして使用しているSiCメンブレンの位置合わせもPC制御となったため、再現性の良い計測が可能となった。

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 1π 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、元素認識光電子ホログラフィー^[4]や原子軌道解析^[5]など独自の手法開発を展開してきた。2014B期より微小なスポットサイズ(縦約 $18\mu\text{m}$ ×横 $30\mu\text{m}$)のビームが利用可能となり、また、2015年度は、Ar雰囲気下で試料を実験室から分析槽に導入する搬送系の工夫がなされ、FeSe系超伝導化合物表面やパワー素子界面^[6]など様々な原子構造解析の応用研究も進んでいる。継続的な保守により、装置は安定的に稼働しているが、エネルギー・角度分解能の面で進展を得るには小型高性能後継機の開発が必要である。

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いる。2015年度は、2015A期から頻発した放電現象の問題を解決するため、マイクロチャンネルプレート検出素子の交換や碍子類の洗浄などの保守を行った。放電現象の発生は、装置の老朽化と関連性があると考えており、より先端的な新型機器への更新を必要とする。

4-4 光電子分光装置① (A-branch 第3ステーション)

本装置は、Scienta Omicron製SES200型アナライザーを備えており、BL25SUの供用開始時から軟X線光電子分光装置として利用され、軟X線領域の角度分解光電子分光 (ARPES) における先駆的な役割を果たした。さらに、集光ビームによる約 $100\mu\text{m}$ の微小単結晶の測定技術や、試料上の $100\mu\text{m}$ の領域を選択した測定技術を開発した^[7, 8]。しかし、海外の中型放射光施設では、より高性能な軟X線ARPES装置の導入が進みつつある。そこで新たに、5)で説明する新型の光電子分析器を装備した軟X線ARPES装置を第4ステーションに導入した。2014B～2015B期を移行期間として、新・旧装置を併用し、2015B期終了後に旧装置をビームラインから撤去した。

4-5 光電子分光装置② (A-branch 第4ステーション)

本装置は、ディフレクター付きの電子レンズを装備した角度分解光電子アナライザー (Scienta Omicron製DA30型) を備えた新規PES装置である。DA30型アナライザーは、光・量子融合連携研究開発プログラムの助成により、2014年度に新たに導入したものである。試料の角度走査が必要な従来のARPES測定では、特に顕微測定において角度走査時に集光ビーム照射位置の維持が難

しいという課題があったが、DA30型アナライザーでは角度走査が不要である。さらに、照射位置の維持が特に難しい斜入射配置^[9]では、DA30の機能は極めて効果的である。2015年度は、斜入射配置 (5° 入射) において従来の 45° 入射の場合と比べて信号強度が約10倍に増加することを確認した。さらに、厚さ 0.5mm のSiウェハーの劈開断面に対して 5° の入射角でARPES測定を行い、試料の角度を変えずに価電子帯バンド構造の定エネルギー面を観測した。今後、劈開性の低い三次元結晶構造の試料など、従来は測定が困難であった試料での研究成果が期待される。

4-6 パルス強磁場軟X線MCD装置 (B-branch 第1ステーション)

2015年度は、新たに磁場極性反転機構がパルス磁場電源ユニットに追加され、磁場の正負切り替え効率が向上した。XMCDデータに現れるアーティファクトの低減効果が期待される。

4-7 電磁石式軟X線MCD装置 (B-branch 第2ステーション)

科学技術振興機構の革新的研究開発推進プログラム (ImPACT) プロジェクトにより、高効率の蛍光軟X線検出器として、米国Vortex社製の軟X線用4素子シリコンドリフト検出器 (型式: ME4) を導入した。部分蛍光取量法によるXMCD測定の高速度や高精度化が期待される。

4-8 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、2014年度から開発を実施してきた。 100nm 以下の高い空間分解能を有し、高速で元素選択磁気マッピング測定ができる特徴がある。2015年度には最大磁場 $\pm 8\text{T}$ の超伝導マグネットを導入し、強磁場下でのイメージングと吸収・XMCDマッピング測定が可能になった。また、低温測定のためのクライオスタットの導入、磁場依存性測定のためのソフトウェア開発を進め、永久磁石材料のみならずスピントロニクス材料をはじめとする先端磁性材料へと研究対象が拡がりつつある。

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] T. Matsushita *et al.*: *J. Phys. Soc. Jpn.* **82**(2013) 114005.
- [5] F. Matsui *et al.*: *Phys. Rev. Lett.* **114**(2015) 011501.
- [6] N. Maejima *et al.*: *Jpn. J. Appl. Phys.* **55**(2016) 085701.
- [7] T. Muro *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **18**(2011) 879-884.
- [8] H. Fujiwara *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **22**(2015) 776-780.
- [9] Y. Takata *et al.*: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A* **547**(2005) 50-55.

利用研究促進部門 分光物性IIグループ
中村 哲也、小谷 佳範、辻 成希
利用研究促進部門 応用分光物性グループ
室 隆桂之、大河内 拓雄、松井 文彦
光源・光学系部門 光学系グループ
大橋 治彦、仙波 泰徳