

## 立体原子像写真撮影のためのBL25二次元分析器の改良

中本 梓<sup>a</sup>, 郭 方准<sup>b</sup>, 松井 文彦<sup>a</sup>, 藤門 倫明<sup>a</sup>, 松下 智裕<sup>b</sup>,  
服部 賢<sup>a</sup>, 大門 寛<sup>a</sup>

<sup>a</sup> 奈良先端科学技術大学院大学, <sup>b</sup> 高輝度光科学研究センター

### 背景

物質はナノスケールになると、その構造と性質が大きく異なってくるため、両者を同時に測定して構造と物性の関係を解析することが必要である。しかしながら、これまでナノ構造体の結晶構造解析法はほとんど無かったといっても過言ではない。これまで行われていた方法としては、透過電顕による原子構造解析があるが、試料を薄く切り出すという作業が必要であり、破壊的である。また、得られる像も原子配列を二次元的に投影したものであり、立体的な配列はわからなかった。最近開発された立体原子顕微鏡<sup>1)</sup>(図1)は、ナノ薄膜の原子配列の立体写真が撮影できる新しい手法であり、現在開発中のレンズと組み合わせることにより、ナノ微粒子の原子配列構造を解析できる唯一の手段として、ナノサイエンスの基礎物性研究の強力なツールとなることが期待される。既に、磁性ナノ薄膜の解析に成功している<sup>2)</sup>。この手法は、新しく発見された「光電子回折における円2色性」<sup>3)</sup>という性質を利用している。これは、光電子が軌道角運動量をもっているために、前方散乱ピークが左右に回転するという現象である。

BL25に設置されている二次元光電子分析器<sup>4)</sup>の図を、図2に示す。これは、初期の分

析器<sup>5)</sup>のエネルギー分解能を数倍に高めたものである。障害リングの数を260程度と多くし、アルミの外球の内側にセラミックを蒸着し、その内側に金薄膜を蒸着してある。しかしながら、この分析器は設置されてから5年経過しており、最近では電極の接触やMCPの放電など様々なトラブルが発生し、またCCDカメラが旧式で、光電子スペクトル測定に1時間以上必要であったり、試料準備槽の真空度が悪く、種々の装置が整備されていなくて試料調整が難しく、良いデータが取れない状況が続いていた。これまでに多くの修復を行ってきたが、今回のビームタイムでは、新しいCCDカメラシステムへの更新と、試料準備層の整備、分析器制御電源の修理、を中心に改良を行った。CCDカメラを更新したことで、測定プログラムを新しく作成した(松下)。

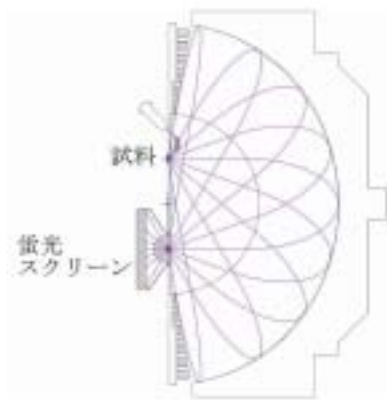


図2. BL25二次元光電子分析器

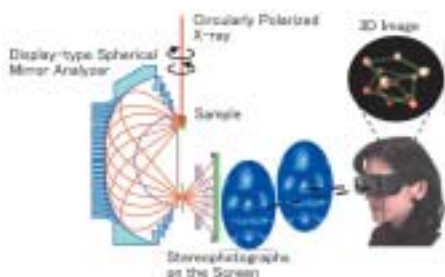


図1. 立体原子顕微鏡の概念図

### 実験方法

実験は、BL25に設置されている二次元光電子分析器(図2)を用いて行った。励起光はヘリカルアンジュレータからの左右円偏光軟X線であり、エネルギーは1200eV程度を使用した。測定試料は、ナノ磁性薄膜のスピン

再配向転移に興味を持たれているCu (100) 面上に蒸着した数層のFe薄膜である。試料準備槽でアルゴン衝撃と加熱によりCu (100) 清浄面を作成し、RHEEDで確認した。Feの蒸着は坩堝の過熱により行った。膜圧は水晶振動子型膜圧計で測定した。

### 実験結果

得られたFe 2p内殻領域の光電子スペクトルを図3に示す。運動エネルギー480eV付近にあるFe 2pの2本のピークの他に、510eV付近にO Augerピークが観測される。これは、試料準備槽の真空度がまだ不十分であることに起因している。図3のスペクトルは10分以内にとれている。これは、新しいCCDシステムによって、測定時間が従来の10分の一程度に短縮され、スペクトル測定の問題が解消されたことを意味している。

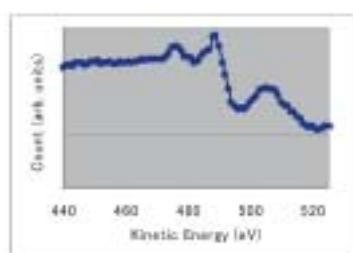


図3. Fe 2p内殻領域の光電子スペクトル

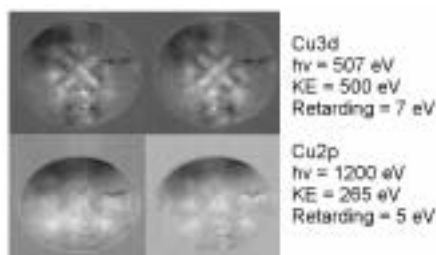


図4. Cu 2p内殻およびCu 3dバンドからの立体写真

図4には、測定したCu 2p内殻およびCu 3dバンドからの立体写真を示す。Cu 2p内殻のみならず、Cu 3dバンドからも立体写真が測定できている。通常はバンドを作っているような遍歴的な電子は角運動量が特定できないが、この場合は、円偏光の持つ角運動量が光電子に移るために軌道角運動量を持つようになったことが直視できている。

また、図4で運動エネルギーの違いによる見え方の違いが明瞭に観測されている。運動エネルギーが265eVの時には第2隣接原子までしか見えていないが、500eVの時には第3隣接原子までが見えている。これは、運動エネルギーが高くなったために、光電子の平均自由行程が伸びたことに起因している。

### 今後の展開と課題

現在の立体写真のパターンには、グリッドを何枚も通過する際のモアレや透過パターンが重畳されていて、原子像の形を悪くしている。グリッドをメッシュのものに変えることによって、10倍以上の明るさの増大とパターンの形の向上が期待されるため、改良を考える。また、励起光をサブミクロンに絞るミラーを導入したり、戦略的創造研究で行っているレンズシステムを備えることにより、微小領域の構造解析が可能なシステムへの改良を検討している。このような改良をすることにより、ナノ構造の原子配列が初めて測定可能になるものと期待される。

### 参考文献

- 1) H. Daimon, Phys. Rev. Lett. **86**, 2034 (2001).
  - 2) S. Okamoto, A. Nakamoto, S. Hayashi, K. Fukumoto, T. Nakatani, T. Matsushita, K. Hattori, H. Daimon, Trans. Magn. Soc. Japan **2**, 228 (2002).
  - 3) H. Daimon, et al., Jpn. J. Appl. Phys., **32**, L1480 (1993).
  - 4) M. Kotsugi, et al. Nucl. Instrum. & Method in Physics Research A, **467**, 1493 (2001).
- [4] H. Daimon, Rev. Sci. Instrum., **59**, 545 (1988).

### 発表論文

- [1] F. Z. Guo, T. Matsushita, F. Matsui, M. Fujikado, and H. Daimon, 9th International Conference on Electronic Spectroscopy and Structure, June 30 - July 4 2003, Uppsala University, Sweden. (口頭発表)