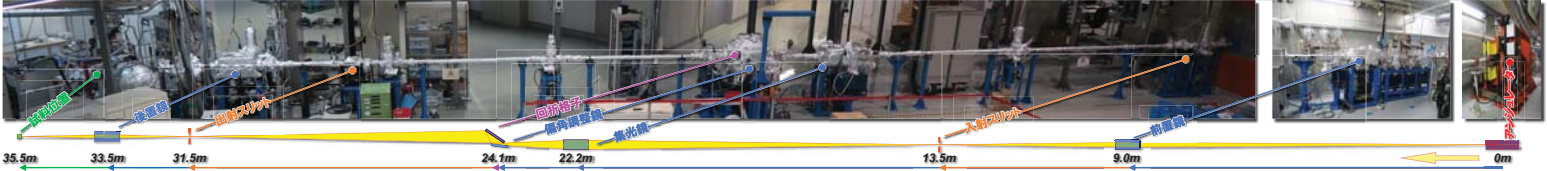


真空紫外・軟X線ビームライン BL7U の現状



分光器 可変偏角不等間隔平面回折格子分光器

分光器は、シンクロトロン光から利用したい波長の光を取り出すための分光光学系と光源から分光光学系へ光を導くための前置光学系、分光された光を試料に集光するための後置光学系から構成される。

前置光学系

前置鏡 (M0)
形状: トロイダル 曲率半径: 343813.95 / 157.0617mm 入射角: 88.5° 材質: Au/Cr/Si
アンジュレータからの光を入射スリット上に集光する(鉛直方向)。

分光光学系

入射スリット (S1)
形状: 鉛直方向上下スリット スリット間隔: 0~200μm
アンジュレータの鉛直方向中心付近を切り出す。回折格子から見たときの光源点となる。

集光鏡 (M1)
形状: 円筒鏡(鉛直集光、円筒鏡: 水平) 曲率半径: 233.357mm 入射角: 88.5° 材質: Au/Cr/Si
回折格子によって分光された光を出射スリット上に集光する(鉛直方向)。

偏向調整鏡 (M2)
形状: 平面 入射角: 可変
回折格子と連動して回転し、回折格子が適切な偏角(入射角+出射角)になるように調整する。

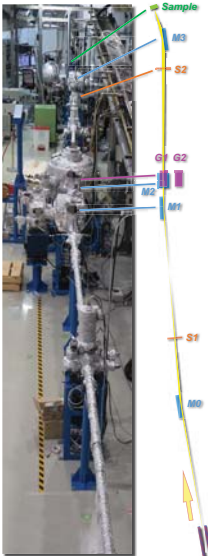
回折格子 (G1, G2)
形状: 平面不等間隔刻線 中心刻線間隔: 300(G1), 1000(G2) 本/mm
回折効果により光を分光する。回転により出射スリットを通過する光のエネルギーを選択する。
不等間隔刻線により、波長によらず出射スリット面上に集光できる。
エネルギー特性の異なる2枚の回折格子を有し、低エネルギー側ではG1、高エネルギー側ではG2に切り替えて使用する。

出射スリット (S2)
形状: 鉛直方向上下スリット スリット間隔: 0~200μm
分光された光のうち、利用するエネルギーの光を切り出す。

後置光学系

後置鏡 (M3)
形状: トロイダル 曲率半径: 142202.993 / 53.0283mm 入射角: 88.5° 材質: Au/Cr/Si
試料表面上に光を集光する。

*トロイダル鏡とは、光の進行方向と鉛直方向で曲率半径の異なる球面鏡で、縦横の集光位置を異なる位置に設定できます。

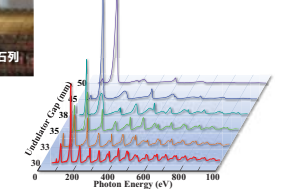
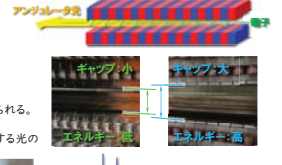
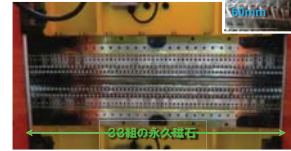


光源 Apple-II 型アンジュレータ

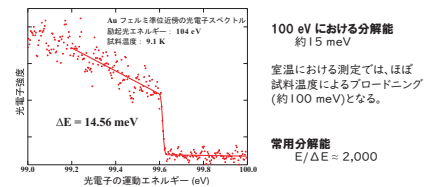
周期長 60 mm
周期数 33
最大K値 3.1 (ギャップ 24mm)

S,Nを交互に並べた磁石列の上に配置
→通過する電子は蛇行する。
→蛇行するたびにシンクロトロン光が発生。
→干渉効果により飛躍的に大強度のシンクロトロン光が得られる。

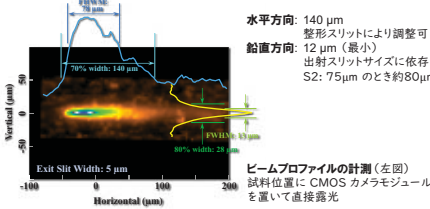
上下磁石列の間隔(ギャップ値)を変えることにより強度が増大する光のエネルギーを変えることができる。



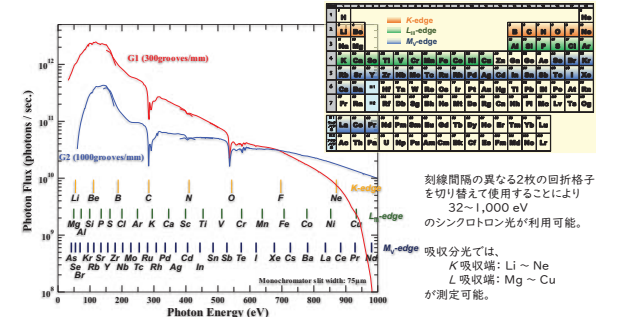
エネルギー分解能



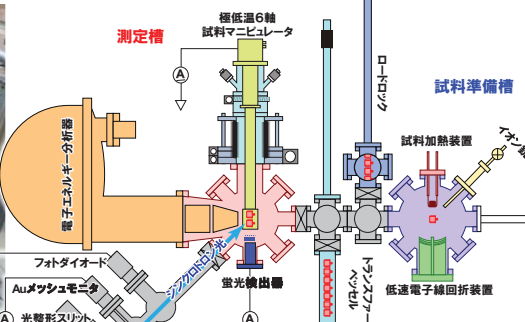
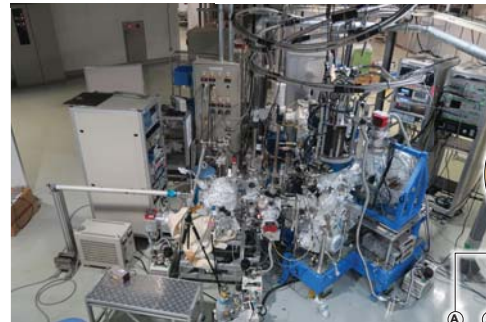
ビームスポットサイズ



分光特性と測定対象元素



エンデュレーション 極低温高分解能角度分解光電子分光・吸収分光装置



試料準備

測定装置は、主として測定槽と試料準備槽、試料を導入するためのロードロック・トランスファーベッセル槽から構成されている。

BL7Uが対象とするエネルギー領域の光は大気によってほとんど吸収されてしまうこと、光電子分光や電子収量吸収分光など電子を検出する測定手法が主であり、極めて表面敏感なことから 10^{-8} Paの超高真空に保たれている。

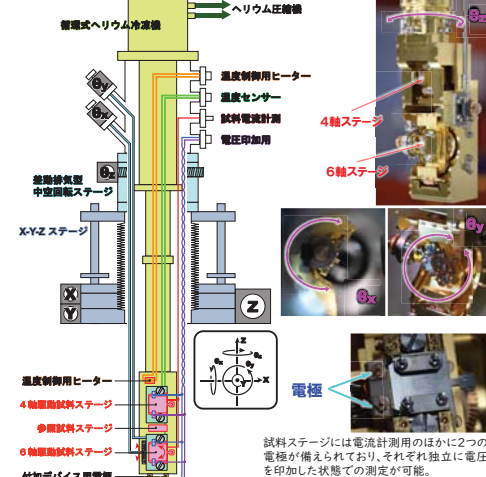
壊気性の試料の測定では、トランスファーベッセルを使用することにより、大気に晒すことなく真空槽へ試料を導入することが可能である。このトランスファーベッセルはBL1IN2, BL6N1と共通である。

吸収分光

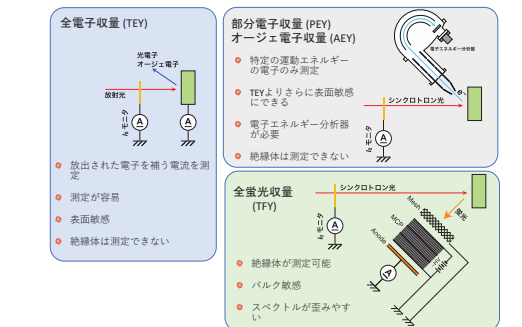
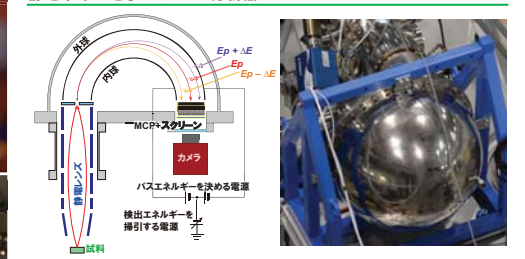
BL7Uでは、軽元素のK吸収端や遷移金属のL吸収端などの吸収分光が行われている。試料電流を計測する全電子収量法、マイクロナンプレート検出器による全蛍光収量法、電子エネルギー分析器を併用した部分電子収量法・オージェ電子収量法による測定が可能であり、これら3つの収量法を同時計測できる。

*BL7Uのエネルギー領域では、吸収端どうしのエネルギー間隔が狭いことや、EXAFS振動強度が弱いEXAFS測定は困難である。
*オージェ電子収量法では、多くの場合光電子による偽ピークが生じるため注意が必要である。

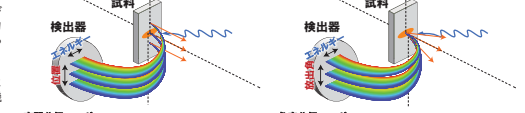
極低温6軸試料マニピュレータ



静電半球型電子エネルギー分析器 MBS A-1



低エネルギー領域では、装置のエネルギー分解能よりも試料の熱揺らぎの方が支配的になることから、特に高分解能光電子分光において試料の冷却は重要である。本装置ではGM冷凍機により試料温度約10Kでの測定が可能である。



試料準備・評価装置

光電子分光法や軽元素の電子収量吸収分光法では、その表面感度により得られるスペクトルの質は表面のこくわずかな汚染や結晶性に左右される。そのため、真空中における表面処理が必要となることが多い。BL7Uでは、測定前の試料処理のための準備槽を設けており、下記の処理が可能である。

加熱処理
試料を加熱することにより汚染物質を除去する。
グラフアイト系の試料では、約600°Cで加熱することにより正常表面を得ることができる。

アルゴンイオンミリング
イオン銃により加速されたアルゴンイオンを試料表面に照射することにより汚染物質を削り取る。

真空破断(測定槽内)
試料を超音波を用いて物理的に破断することにより清浄表面を得る。

低速電子線回折装置 (LEED)
単結晶試料の結晶性評価。
これらの処理後、試料は超高真空を維持したまま測定槽へ搬送し、測定することができる。

真空紫外・軟X線ビームライン BL7U の成果事例

魔法角ツイスト2層グラフェンにおけるフラットバンドの観察 名古屋大学 興松 航 准教授

2層のグラフェンをわずかに回転させて積層させたツイスト2層グラフェン (TBG) では、ツイスト角に応じてエネルギーバンド構造が変わることが報告されている[1]。中でも2018年に、魔法角と呼ばれる 1.1° のツイスト角を持つTBG (magic-angle TBG, MATBG) では、超伝導が発現することが報告され、再び研究が活性化された[2]。MATBGでは、回転したグラフェンのバンドが干渉することにより、フェルミ準位付近に図1(b)のようなフラットなバンドが出現し、それにより状態密度が極めて大きくなることで、超伝導の起源とされている。

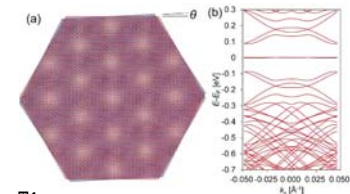


図1 (a) TBGの模式図
ここでは、ツイスト角 3.0° のものを示している。回転角によってモアレ周期が変化する。
(b) MATBGのエネルギーバンド構造
フェルミエネルギー(E_F)付近にフラットバンドと呼ばれる平坦なバンドが見られる。

試料作製
4H-SiC(0001)単結晶基板を大気圧Ar中 1700°C で加熱することにより作製した大面積単一方位グラフェンを2枚作製。そのうち1枚のグラフェンを引き剥がし、もう1枚のグラフェン上に貼り付けることで、TBG試料を作製。
ツイスト角: 2.9° , 1.1° (魔法角)

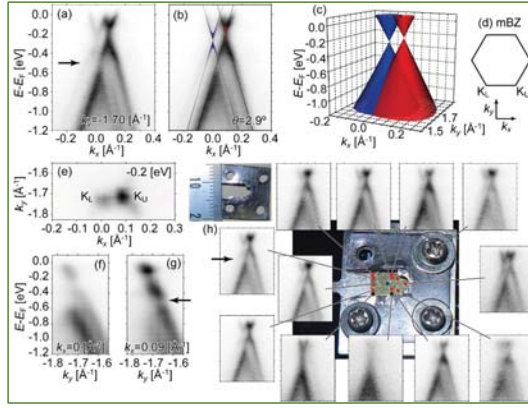


図2 2.9° TBGのARPES測定結果
(a) K 点($k_x = -1.70 \text{ \AA}^{-1}$)付近のARPES像
グラフェン特有の線形バンド分散を2つ観測
ディラック点(交点)
波数(k_x) エネルギー($E - E_F$)
強度 小→下層 大→上層
電子ドープ量の違いを反映
(b) (a)に、 2.9° TBGのバンド構造を書き加えたもの(層間相互作用は考慮していない)
(c) TBGのバンド構造の逆空間における模式図
(d) モアレリランソーン(mBZ)
(e) $E - E_F = -0.2 \text{ eV}$ における k_x - k_y 像
(f) K_1 ($k_x = 0 \text{ \AA}^{-1}$)における E - k_y 像
(g) K_2 ($k_x = 0.09 \text{ \AA}^{-1}$)における E - k_y 像
(h) 基板上の雑音箇所でのARPES像
赤点: ギャップを持つTBGのバンド構造を観察
→少なくとも $3 \times 5 \text{ nm}^2$ の範囲で、 2.9° のTBGが形成
各図中の黒矢印の位置のギャップ: 強い層間相互作用

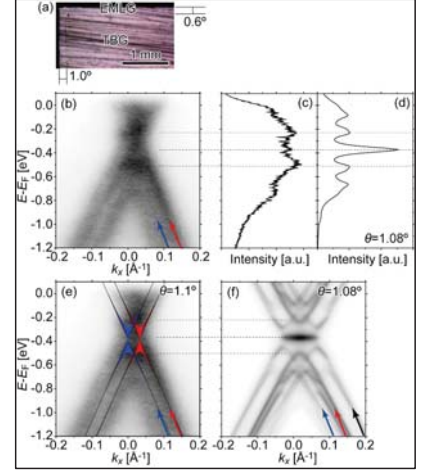
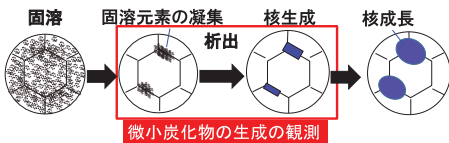


図3 魔法角 1.1° TBGのARPES測定結果
(a) 試料の光学顕微鏡像
(b) K 点付近のARPES像
(c), (d) および(f)における $k_x = 0.016 \text{ \AA}^{-1}$ 付近での強度プロファイル
(e) MATBGにおける層間相互作用のないバンド構造を(b)に重ねたもの。
(f) 層間相互作用を考慮して計算した 1.08° TBGのスペクトル関数。

まとめ
近年、2次元物質におけるツイストロニクスの研究が盛んに行われている。これは、グラフェンを含む2次元物質を積層する際に、ツイスト角を新たな自由度として利用する技術である。大面積のツイスト2層グラフェン試料の作製方法が確立され、その電子状態が明らかになったことにより、ツイストロニクスの実現に一歩近づいたと言える。

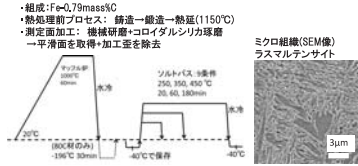
X線吸収分光による鋼中炭素の固溶・析出に関する研究 日本製鉄株式会社 米村 光治 様

研究の狙い



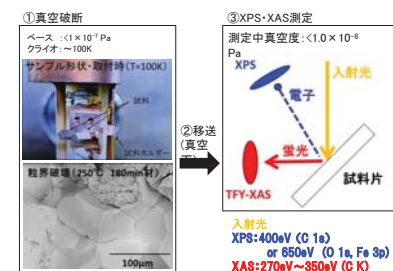
鉄鋼材料: 炭素の析出で強度制御-炭化物の析出メカニズムの理解が必要。
析出物に関する既存知見: 電気抵抗測定、回折、3次元原子プローブ等
一般小析出物と固溶の識別困難。元素選択性+バルク敏感なXASが有効
XASで固溶炭素と炭化物が識別できるか検証。

サンプル加工条件



Conclusions: 炭素鋼中炭素の結合状態の識別の為、XASを実施。
✓ C K端XASにおいて、固溶炭素から θ - Fe_3C への変化を観測。
✓ XPSの炭素凝集に由来したピークで状態判別の可能性有り。

測定条件 (BL7U@あいちSR)



測定結果

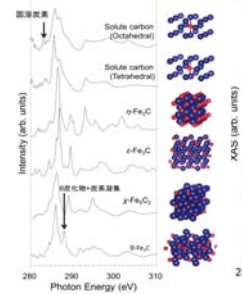
C 1s XPS

表面の酸化物と有機物の除去を確認
■ 十分な焼き戻して 283.8eV のピークが現れる(炭素の凝集に由来)。

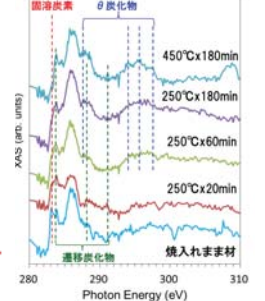
C K端 TFY-XAS

バルク中炭素の化学状態を評価
■ センタイトと同様なピークを確認
■ 固溶炭素から θ - Fe_3C への変化を観測

(a) 固溶炭素・炭化物の計算スペクトル



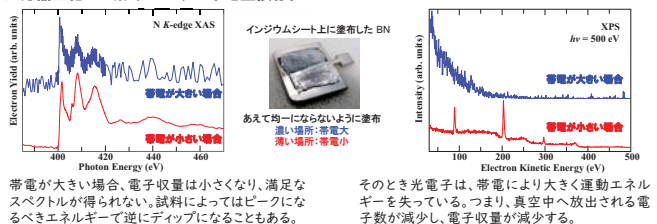
(b) 実験スペクトル



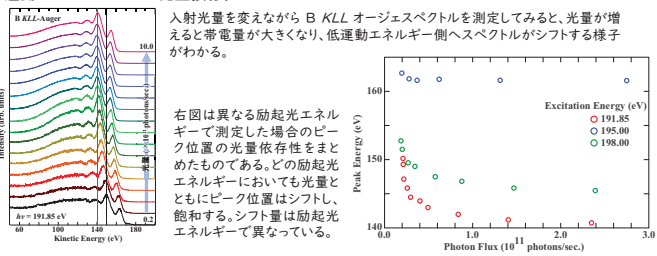
吸収端近傍における絶縁体の帯電効果

低エネルギー領域の軟X線吸収分光では、主に電子収量法による測定が行われている。しかしながら、電子収量法では電子を計測するために試料帯電による影響を大きく受け、絶縁体を測定することが困難である。
本研究では、帯電により電子が受ける影響を光子スペクトルを計測することにより明らかにした。

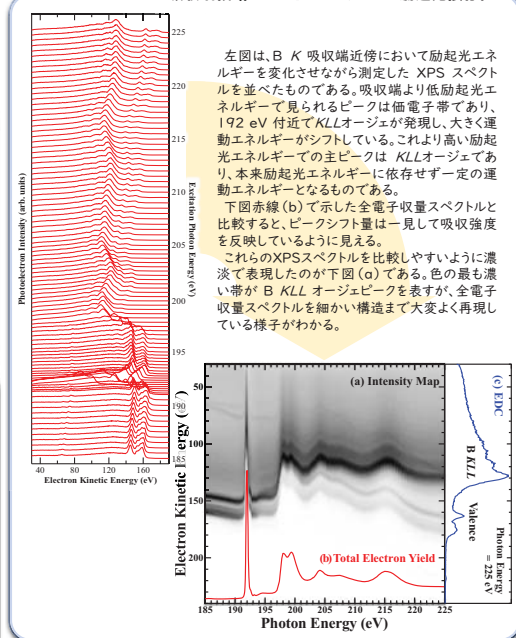
六方晶窒化ホウ素 (h-BN) の帯電量依存性



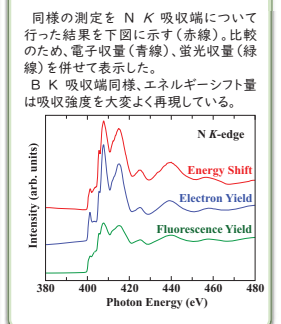
運動エネルギーシフトの光量依存性



B K吸収端領域でのエネルギーシフトの励起光依存性



N K吸収端領域でのエネルギーシフトの励起光依存性



まとめ
✓ h-BNの吸収端近傍の励起光エネルギーでXPSを測定し、帯電による運動エネルギーのシフト量を見積もった。
✓ 運動エネルギーシフト量は照射光量とともに増大するが、ある値で飽和する。このとき、飽和シフト量は励起光エネルギーによって異なる。
✓ 運動エネルギーシフト量は、電子収量スペクトルを大変よく再現する。