

# シンクロトロン光利用によるナノテクノロジー研究の現状

上坪宏道

九州シンクロトロン光研究センター

シンクロトロン光（放射光）は、高速の電子が磁場でその進路を曲げられるときに発生する電磁波で、赤外線から X 線領域まで連続的波長成分を持つ極めて指向性のよい光である。実際の装置では、リング状に配置した多くの電磁石（偏向磁石）にドーナツ型真空チェンバーを取り付け、光速近くまで加速した電子の集団（電子ビーム）を真空チェンバー内で一定の軌道に沿って周回させていて、電子が各偏向磁石を通過するとき放射する光を取り出して利用している。チェンバー内は超高真空になっていて電子が数時間から数十時間もリング内を周回するので、この装置は貯蔵リングと呼ばれている。電子エネルギーが高いほど波長の短い光が得られ、また、電子ビームが細く平行（低エミッタンス）であればあるほど、細くて平行で輝度の高い光が得られる。さらに偏向磁石の間隔を広げて長い直線部を作り、そこに挿入光源を設置してより輝度の高い光を得ることも行われている。低エミッタンスリングに多数の挿入光源を取り付けた装置が第三世代放射光源で、極端紫外領域から硬 X 線領域では通常光源より数万倍から数百万倍も明るい光を出している。ここでは、このような高性能放射光を用いて行う物質・材料科学研究の現状を、ナノテクノロジーに重点を置いて紹介する。

現在物質研究の重点は、その多様な特性や機能を解明して新しい機能を持つ物質の創製に置かれていて、光が重要な役割を果たしている。光は主に物質中の電子と衝突し散乱されるが、散乱強度は電荷によるトムソン散乱が最も大きく、磁化による磁気散乱は前者に比べて極めて小さい（ $10^{-5} \sim 10^{-6}$ ）。また、原子核による散乱も極めて小さい。したがって、光が原子に束縛された電子により散乱・吸収される確率が高くなり、その度合いは波長（エネルギー）に大きく依存している。また、散乱や吸収で原子が励起されると二次的に光あるいは電子が放出されるので、散乱・吸収強度測定や二次光・二次電子など多様な計測手段を駆使して物質を調べられるのが放射光利用の特長である。こうして、物質内部の電子状態や原子配列、化学状態など、物質中の多様な原子状態や周辺のマクロな物質構造の解析が可能になる。一方、光は波長が短い X 線でも物質による反射、屈折や回折の現象を示すので、放射光による反射、回折やイメージングの測定手法が可能であり、マクロな物質構造の解明に利用されている。

最近、第三世代放射光源の出現によって光源性能は格段に進歩し、波長分解能（分光精度）、空間分解能、時間分解能の極めて高い測定や高精度偏光実験あるいは極低温／超高温、超高压など極端条件下の実験などが行われるようになった。また、磁気散乱や核共鳴散乱などきわめて小さな衝突確率の現象も観測できるようになり、さらに数十ナノメートルのビームスポットのナノビーム実験や極微小標的／微量試料の計測が可能になっている。一方、ビーム特性の向上に伴って、実験技術の向上に合せたデータ解析手法も進歩している。第三世代放射光源の利用で実験精度が格段に向上して、結晶構造も原子間の電子密度も含めて解析できるようになり、また水素原子やリチウム原子の配置や磁気的特性まで調べられるようになった。

講演では、ナノテクノロジー研究における放射光利用に力点を置いて、「軟 X 線～硬 X 線」領域で得られた幾つかの研究成果を紹介する。とくに第三世代放射光源によって開発された実験手法／実験精度がどのような物質特性やその機能を明らかにしているかについて述べる予定である。

# シンクロtron光利用によるナノテクノロジー 研究の現状

佐賀県立九州シンクロtron光研究センター  
上坪 宏道

2008年3月11日

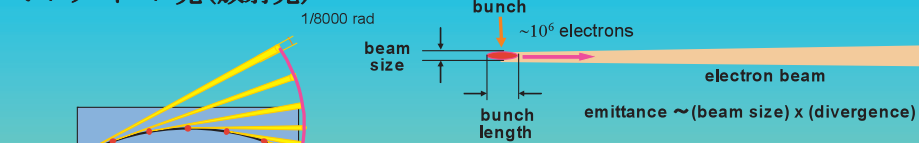
早稲田大学小野記念講堂

## 内 容

シンクロtron光とは  
シンクロtron光研究施設  
シンクロtron光とナノテクノロジー研究  
九州シンクロtronにおける研究

## • Radiation Simulation

### シンクロtron光(放射光)



SPring-8 光源リングのビームサイズ

	垂直方向	水平方向	放射光
ビームサイズ	5.7 μm	260 μm	4.1 μm
ビーム広がり	1.04 μrad	11.5 μrad	1.9 μrad

### 光子ビームの性質は 光源リングの電子ビームの性能で決まる

光子ビームの強度は電子ビーム強度に比例する  
光子ビームサイズは電子ビームサイズが小さいほど小さくなる  
光子ビームのエミッタンスは電子ビームのエミッタンスが小さいほど小さくなる

**低エミッタンス、大強度電子ビームが非常に明るい光子ビームを発生する**

**エミッタンス ~ (ビームサイズ) × (ビームの広がり)**

## わが国のシンクロtron光研究施設



Facility Parameters

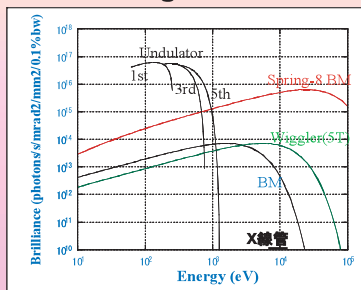
	SPring-8	KEK-AR	KEK-PF	New SUBARU	Saga-LS	TERAS	UVSOR	HISOR	Rits-SR
エネルギー (GeV)	8	6	2.5	1 (1.5)	1.4	0.8	0.75	0.7	0.675
エミッタンス (nmrad)	3.6	293	36	40	36		27.4	400	
周 長 (m)	1,435	377	187	119	75.6		53.2	21.95	3.14
蓄積電流 (mA)	100	60	450	450	300	250	500	300	300

### シンクロtron光の特長

- 広い波長 (エネルギー) 範囲
- 優れた指向性
- 高い輝度 (設計輝度と実効輝度)
- 時間構造 (光子ビームのパルス幅とパルス密度)
- 偏光特性 (直線偏光、円偏光 (左・右ヘリシティ))

- ① 電子軌道加速器:  
全長 30 m  
エネルギー 260 MeV、
- ② 電子蓄積リング:  
電子エネルギー 1.4 GeV  
蓄積電流 300 mA  
(現在 150 mA で安定運転中)  
エミッタンス 25 nmrad  
蓄積電流寿命 10 hr 以上
- ③ ビームライン数  
挿入光源ビームライン 3 本  
偏光光源ビームライン 6 本

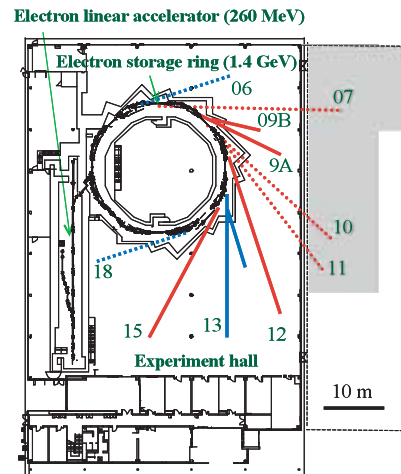
### Saga-LS



## Saga-LS ビームライン

ビームライン	光源	光子エネルギー	実験装置	状況
BL07	ウイグラ	5 keV - 35 keV	回折, イメージング, 他	2010
BL09A	偏向磁石	白色化(4 keV)	微細加工	稼働
B	"	10 eV - 50 eV	光化学反応	稼働
BL10	アンジュレータ	30 eV - 1200 eV	PEEM, ARPES	2008
BL11	偏向磁石	1.75 keV - 23 keV	XAFS, SAXS, 他	2008
BL12	"	40 eV - 1500 eV	XPS, XAFS	稼働
BL15	"	2.1 keV - 23 keV	回折, XAFS, XRF	稼働
BL13*	アンジュレータ	30 eV - 800 eV	イメージング, 反射率	稼働

\* 佐賀大学専用ビームライン



## シンクロトロン光利用における実験手法

### ① 散乱

- > X線回折: 結晶, 粉末, タンパク質, 表面・界面
- > 散乱: 弾性(非弾性)散乱, 共鳴散乱, 磁気散乱
- > 反射:

### ② 吸収

- > 吸収分光: XANES, EXAFS, 磁気円(直線)2色性
- > 屈折: 屈折(位相敏感)イメージング
- > 微細加工: リソグラフィ, LIGA

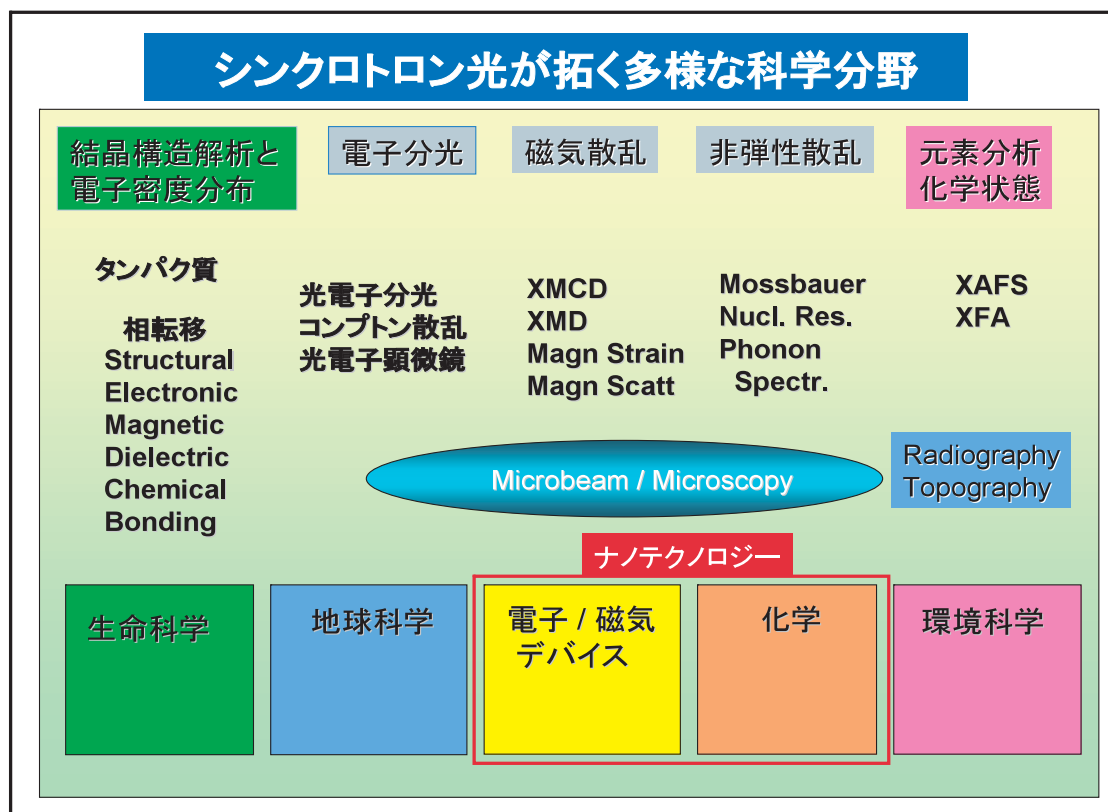
### ③ 発光/光電子放出

- > 蛍光X線分光:
- > X線発光分光:
- > X線光電子分光:
- > 光電子顕微鏡:

### ④ 透過

- > イメージング: 微小試料CT, アンジオグラフィ

## シンクロtron光が拓く多様な科学分野



## Saga-LSのミッション

### シンクロtron放射光利用による

- 地域先端産業の集積、伝統から先端産業への展開、基幹事業への貢献
- 材料、エネルギー、バイオ、環境分野等での学術研究と **ナノテク**を核とする新技術インキュベーションの推進
- 人材育成と交流による創造拠点の形成

## 実験ホール&ビームライン



## BL09(材料加工/プロセス開発ビームライン)



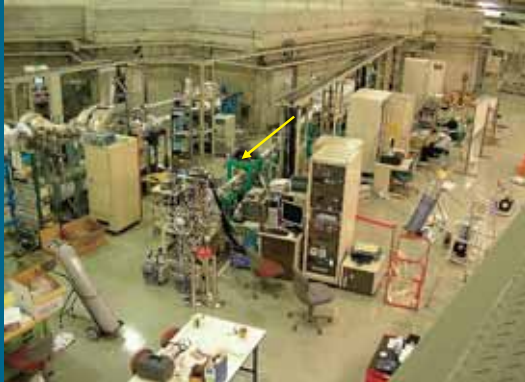
汎用露光チャンバー



資料提供:住友電工殿

- LIGAプロセスによる微細加工 (TIEGA)

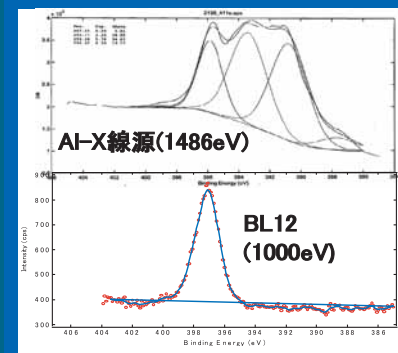
## BL12(軟X線利用材料分析ビームライン)



ナノ計測・分析

- XPS
- 軽元素XAFS (Li~Al)

GaN薄膜のN元素  
Gaオービタル電子の重なりを避けて  
XPS測定が可能



資料提供：東リサーチセンター殿

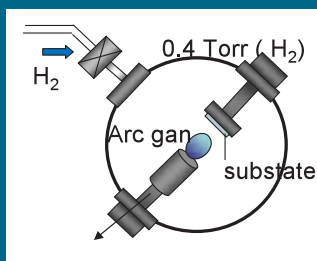
## BL12 -利用事例-

### <超ナノ微結晶ダイヤモンド(UNCD)膜の新しい構造評価法>

UNCD: Ultrananocrystalline Diamond の略称で, 10nm以下のダイヤモンド結晶の集合体

—九州大学大学院/吉武剛准教授等による実施課題—

特徴: 温度安定性, 硬度, 平滑性に優れる  
成膜: 炭素棒アークプラズマ法(水素ガス中)  
応用: 金型の離型剤, デバイス用薄膜

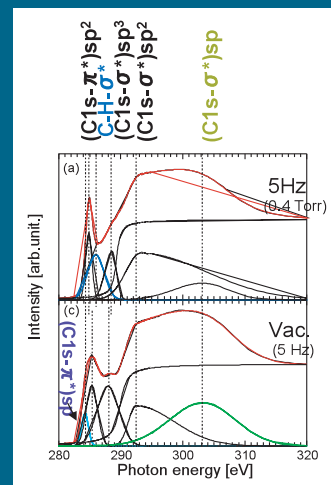


アークプラズマ法

C-K吸収端でのXANES測定

(C-H)σ\*軌道による強い  
ピークを観測

水素化による高硬度で安定な膜を作製できた



## BL15(構造科学イメージング分析ビームライン)



### ナノ計測・分析

- XAFS (P~Ag)  
EXAFS, XANES
- X線回折  
in plane, out of plane
- X線小角散乱  
SAXS, GISAXS
- X線反射率

### <調整中>

- 粉末X線回折
- X線イメージング (DEI)  
二・三次元像
- X線トポグラフィ

## BL15 -利用事例-

### <硫黄原子の異常散乱現象を用いた蛋白構造解析:S-SAD法の開発>

—高輝度光科学研究センター/河本正秀副主幹研究員等による実施課題—

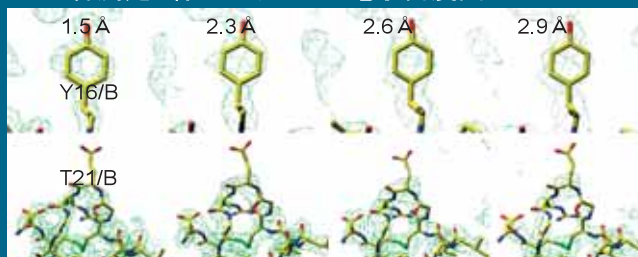
特徴: 蛋白結晶中の含有軽元素を利用して位相決定を行なう  
九州シンクロトロン光研究センターの光源特性を最大限活用(低エネルギーX線)

応用: 従来の重元素置換なしで蛋白の構造解析が可能のため、  
構造解析可能な蛋白の種類が一挙にひろがる。



ウシ由来インスリンの分子モデル  
青がA鎖、緑がB鎖、黄色がシステイン

各測定X線エネルギーでの電子密度図

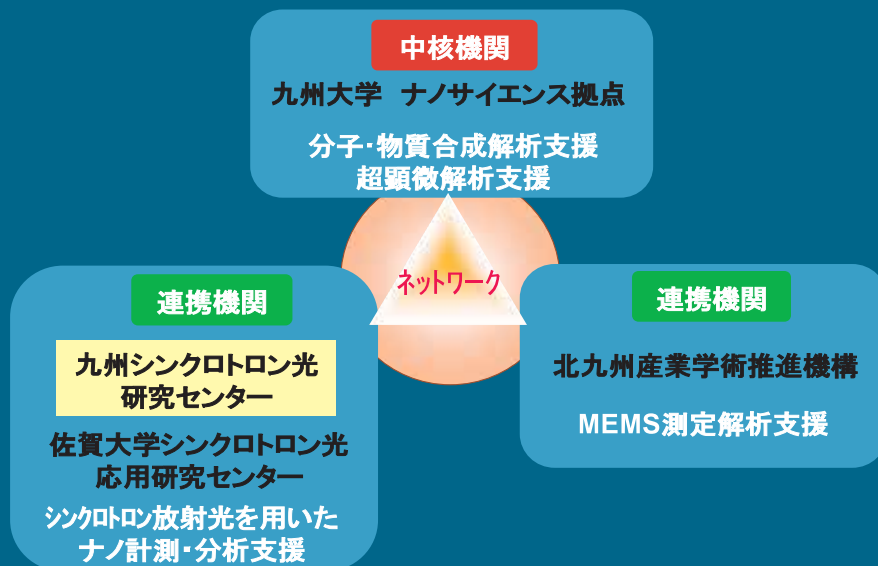


低エネルギーX線使用により位相決定精度が向上

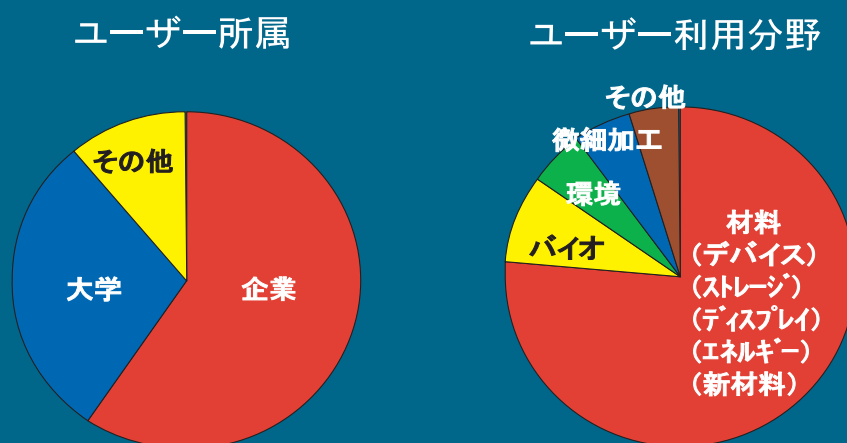


## 九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク

文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業  
ナノテクノロジー・ネットワーク事業(2007-2011)



## 利用状況(2007/04 - 2008/03)



年度	実施課題数	実施時間数 (hrs)
2006	44	665
2007	94	1530

## 利用について

### ■利用区分 (2008年度予定)

区分	公共等	一般	ナノテク* )	地域戦略
利用料	¥ 90000/10hrs	¥ 200000/10hrs	検討中	県が措置
ユーザー	大学, 公設試	全て	全て	県立機関
情報開示	公開	非公開可	公開	公開

\* ) 文部科学省委託業務 (2007～2011)

■課題募集 : 随時受付 (一般利用は実施まで最短2週間)  
(公共等, ナノテク利用は最短1ヶ月)

■ビームタイム: ~1500時間/年 (~150日/年)  
10時間/日 (10:00～15:00, 16:00～21:00)

■講習会 (実習を含む), セミナー: 随時実施

## 今後の展開(1)

- **実験・研究棟の増築** 実験ホール等の拡張
- **ビームラインの新設** 県有3本, 専用2本
- **蓄積電流値の増加** 150mA → 300mA
- **産業利用と産学官連携の推進**
  - 二次電池, 触媒分野等での動作状態測定
  - 電子デバイス, ストレージ分野等でのナノ分析
  - セラミックス, 陶磁器等の焼成プロセスのその場観察
  - ダイヤモンド薄膜等のナノ新材料の構造・機能相関解析
  - 農林水産分野での高品質化と品質評価への応用
- **人材育成・交流の推進** 講習会, サマースクール等の開催

## 今後の展開(2)

### ➤ フレキシブルな運営

- ラボラトリー光源の役割を果たす先端的光源
- トライアル実験を積極的に受け入れる

### ➤ 他の国内シンクロトン光施設との連携

- 先端的施設との連携: 情報交換、人材交流
- 年間を通してどれかの施設が運転
- 人材育成・交流の推進: 講習会, サマースクール等の開催

ご清聴ありがとうございました