PF研究会:軟X線分光・散乱測定を用いた物性研究の現状と展望 2011年9月13,14日



放射光·陽電子



中性子・ミュオン

KEK構造物性研究センターにおける (Condensed Matter Research Center) 軟X線分光・散乱研究の現状と展望

高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・ 放射光科学研究施設(PF)/構造物性研究センター(CMRC)

OUTLINE

・構造物性研究センターの紹介

• CMRCにおける軟X線散乱装置の整備状況

• X線・軟X線を相補利用した研究例の紹介

軟X線散乱実験の展望



放射光・中性子・ミュオンなど量子ビームの相補利用により 先端的構造物性研究を切り開くことにより、大学・他機関との 構造物性ネットワークを構築する。





Topics

大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構

レギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 Member Access

Home TOP > Member

Member in IMSS

News

Introduction

>>プロジェクトごとのメンバーリストはこちら

Project Publications

所属	Name 名前	職名		電話	e-mail	居室	
(放射光)	Murakami Youichi 村上洋一	センター長 教授	tel Phs	029-864-5589 4881	youichi.murakami(at)kek.jp	4号館235号室	
(放射光)	Nasu Keiichiro 那須奎一郎	教授	tel Phs	029-864-5588	keiichiro.nasu(at)kek.jp	4号館223号室	
(放射光)	Kawata Hiroshi 河田洋	教授	tel Phs	029-879-6193 4363	hiroshi.kawata(at)kek.jp	4号館212号室	
(放射光)	Adachi Shinichi 足立伸一	教授	tel Phs	029-879-6022 4737	shinichi.adachi(at)kek.jp	4号館215号室	
(放射光)	Kumai Reiji 熊井玲児	教授	tel Phs	029-861-6024 4977	reiji.kumai(at)kek.jp	4号館224号室	
(放射光)	Kumigashira Hiroshi 組頭広志	教授	tel Phs	029-861-5584 4917	hiroshi.kumigashira(at)kek.jp	PF実験準備棟 110号室	
(中性子)	Seto Hideki 瀬戸秀紀	教授	tel Phs	029-879-6228 4039	hideki.seto(at)kek.jp	4号館207号室 東海1号館309室	
(中性子)	Kamiyama Takashi 神山崇	教授	tel Phs	029-864-5612 4080	takashi.kamiyama(at)kek.jp	4号館201号室 東海1号館310室	
(中性子)	Otomo Toshiya 大友季哉	教授	tel Phs	029-864-5615 4333	toshiya.otomo(at)kek.jp	4号館208号室 東海1号館311室	
(ミュオン)	Kadono Ryosuke 門野良典	教授	tel Phs	029-864-5625 4715	ryosuke.kadono(at)kek.jp	4号館217号室 東海1号館308室	
(放射光)	Koide Tsuneharu 小出常晴	准教授	tel Phs	029-864-5673 4208	tsuneharu.koide(at)kek.jp	PF511号室	
(放射光)	Ono Kanta 小野寛太	准教授	tel Phs	029-864-5659 4205	kanta.ono(at)kek.jp	PF409号室	
(放射光)	Amemiya Kenta 雨宮健太	准教授	tel Phs	029-864-5656 4729	kenta.amemiya(at)kek.jp	PF406号室	
(放射光)	Nakao Hironori 中尾裕則	准教授	tel Phs	029-879-6025 4868	hironori.nakao(at)kek.jp	4号館226号室	
(中性子)	Itoh Shinichi 伊藤晋一	准教授	tel Phs	029-864-5616 4451	shinichi.itoh(at)kek.jp	4号館206号室 東海1号館312室	
(ミュオン)	Kojima Kenji 小嶋健児	准教授	tel Phs	029-284-4613 4613	kkojima(at)post.kek.jp	4号館217号室 東海1号館305室	
(放射光)	Kikegawa Takumi 亀卦川卓美	講師	tel Phs	029-864-5592 4359	takumi.kikegawa(at)kek.jp	4号館221号室	
(ミュオン)	Kouda Akihiko 幸田章宏	研究機関講師	tel Phs	029-864-5603 4585	coda(at)post.kek.jp	4号館217号室 東海1号館301室	
東京大学	Wadati Hiroki 和達大樹	特任講師	tel Phs	029-879-6207 2632	wadati(at)ap.t.u-tokyo.ac.jp	4号館225号室	
(放射光)	lwano Kaoru 岩野薫	助教	tel Phs	029-864-5593 4658	kaoru.iwano(at)kek.jp	4号館222号室	
(放射光)	Yamasaki Yuichi 山崎裕一	助教	tel Phs	029-879-6207 4941	yuichi.yamasaki(at)kek.jp	4号館225号室	
(中性子)	Yokoo Tetsuya 横尾哲也	助教	tel Phs	029-879-6191 4329	tetsuya.yokoo(at)kek.jp	4号館205号室 東海1号館313室	
(中性子)	Yamada Norifumi 山田悟史	助教	tel Phs	029-284-4274 4274	yamadan(at)post.kek.jp	4号館239室 東海1号館314室	
(放射光)	Okamoto Jun 岡本淳	特任助教	tel Phs	029-879-6023 4902	jun.okamoto(at)kek.jp	4号館216号室	
(放射光)	Sudayama Takaaki 須田山貴亮	博士研究員	tel Phs	029-879-6023 4938	takaaki.sudayama(at)kek.jp	4号館216号室	
(中性子)	Sadakane Koichiro 貞包浩一朗	博士研究員	tel Phs	029-284-4720 4720	sadakane(at)post.kek.jp	東海1号館4720室	
(放射光)	Kobayashi Kensuke 小林賢介	研究員	tel Phs	029-879-6026 4961	kensuke.kobayashi(at)kek.jp	4号館224号室	

構造物性メンバー IMSS内部 約30人 外部 約50人



強相関プロジェクト3:分子性結晶

Correlated Electrons: Project 1 Hybridized Orbital Ordering in SCES

Itinerant Electro $p(\pi)$ Electron **Orbital New Ordering** hybridization Localized **X-ray Scattering** Electron 3d or 4f **Element Specific Electron Orbit Specific External Fields** Pressure 23mm 3mm0 ki 25° kf 20mm

Resonant

Hard/soft

Neutron Inelastic **Scattering**

Muon Spin Rotation

Correlated Electrons: Project 2 Geometrical Correlation of Itinerant Electrons



"Heavy Fermion" State in Metallic Spinels

YMn₂('89), LiV₂O₄('97)

Mass enhancement ~10²!

(according to specific heat, etc.)

Project goal: Determine the characteristic time scale of fluctuation in frustrated systems



Correlated Electrons: Project 3: Charge, Spin and Orbital Order in Molecular Crystals

Charge Ordering under Pressure -Charge Fluctuation in charge ordered phase and Supercoducting phase-6-(meso-DMBEDT-TTF)₂PF₆



Metal-Insulator Transiton: Charge Order Pattern



Pressure-Temperature Phase Diagram





Photon Factory における X線と軟X線の相補的利用を目指して PF PF-AR



VUV/SX

光源	ビームライン	実験ステーション・実験装置	エネルギー領域 [eV]	担当者	担当者(所外)		
U	BL-19A (東大物性研)	<u>スピン偏極光電子分光実験ス</u> テーション	12 - 250	<u>柳下 明</u>	柿崎明人(東大)		
HU	BL-28A/B	回変偏光VUV・SX不等間隔 平面回折格子分光器・高分解 能角度分解光電子分光実験ス テーション	30 - 300	<u>小野 寛太</u>			
U	BL-13A	<u>有機薄膜研究用光電子分光ス</u> テーション	30 - 1200	間瀬 一彦			
U	BL-16A	<u>可変偏光軟X線分光ステー</u> <u>ション</u>	200 - 1500	雨宮健太			
U	BL-19B (東大物性研)	<u>分光実験ステーション</u> <2011年10月以降の課題募 集は停止します。>	10 - 1200	柳下明	柿崎明人(東大)		
U	BL-2C	軟X線不等間隔平面回折格子 分光器 軟X線発光分光器	250 - 1400	足立純一			
U	BL-2A	<u>軟X線2結晶分光ステーショ</u> ン	1740 - 5000	<u>北島 義典</u>			
в	BL-20A	3m直入射型分光器 気体光電子分光装置	5 - 40	伊藤健二	河内宣之(東工大)		
в	BL-3B	<u>VUV 24m 球面回折格子分</u> 光器(SGM) <角度分解 光電子分光専用ステーション に変更予定>	10 - 280	<u>柳下 明</u>	加藤博雄(弘前大)		
в	BL-18A (東大物性研)	表面・界面光電子分光実験ス <u>テーション</u>	15 - 150	柳下明	柿崎明人(東大)		
в	BL-11D	軟X線光学素子評価装置専用 ステーション	60 - 900	伊藤健二			
в	BL-7A (東大・スペク トル)	<u>軟X線分光(XAFS, XPS)ス</u> テーション	50 - 1300	雨宮 健太	岡林 潤(東大)		
в	BL-11A	軟X線斜入射回折格子分光ス テーション	70 - 1900	<u>北島 義典</u>			
в	BL-11B	軟X線2結晶分光ステーショ ン	1724 - 5000	<u>北島 義典</u>			
в	BL-27A	<u>放射性試料用軟X線実験ス</u> テ <u>ーション</u>	1800 - 4000	宇佐美徳子			
光源の種類は、U:アンジュレータ、HU:ヘリカルアンジュレータ、B:偏向電磁石							

V	ビームライン	実験ステーション・実験装置	担当者	担当者(所外)	
Х	BL-1A	タンパク質結晶構造解析ステーション	松垣直宏		
	BL-3A	<u>六軸X線回折計/二軸磁場中X線回折</u> 実験ステーション	中尾裕則		
	BL-3C	X 線光学素子評価ステーション/白色 磁気回折ステーション	平野馨一		
	BL-4A	<u>蛍光X線分析/マイクロビーム分析</u>	飯田厚夫		
	BL-4B1	極微小結晶・微小領域回折実験ステ <u>ー</u> ション	山崎裕一		
	BL-4B2	多連装粉末X線回折装置	中尾裕則	井田隆(名工大)	
	BL-4C	<u>六軸X線回折計用実験ステーション</u>	山崎裕一		
	BL-5A	タンパク質結晶構造解析ステーション	山田悠介		
	BL-6A	X線小角散乱ステーション(BL-15A からの移設作業中(2011年10月から 共同利用開始予定))	五十嵐教之		
	BL-6C	<u>X線回折/散乱実験ステーション</u>	河田洋	佐々木聡(東工大)	
	BL-7C	XAFS/異常散乱/汎用X線ステーショ ン	杉山 弘		
	BL-8A	<u>多目的極限条件下ワイセンベルグカメ</u> ラ	山崎裕一		
	BL-8B	<u>多目的極限条件下ワイセンベルグカメ</u> ラ	中尾裕則		
	BL-9A	<u>XAFS実験ステーション</u>	阿部仁		
	BL-9C	<u>小角散乱/XAFSステーション</u>	野村 昌治		
	BL-10A	<u>垂直型四軸X線回折装置</u>	山崎裕一		
	BL-10C	<u>溶液用小角散乱実験ステーション(酵</u> <u>素回折計)</u>	五十嵐教之	野島修二(東工大)	
	BL-12C	<u>XAFS実験ステーション</u>	仁谷 浩明		
	BL-14A	<u>単結晶構造解析・検出器開発ステー</u> ション	<u>岸本 俊二</u>		
	BL-14B	精密X線回折実験ステーション	平野馨一		
	BL-14C	X線イメージングおよび汎用X線実験 ステーション	<u>兵藤 一行</u>		
	BL-15A	X線小角散乱ステーション(BL-6A移 設に伴う閉鎖)	五十嵐教之	奥田浩司(京大)	
	BL-15B1	<u>白色X線トポグラフィおよび汎用X線</u> 実験ステーション	杉山弘		
	BL-15B2	表面界面X線回折実験ステーション	杉山弘		
	BL-15C	精密X線回折ステーション	平野馨一		
	BL-17A	<u>タンパク質結晶構造解析ステーション</u>	五十嵐教之		
	BL-18B (インドDST)	Multipurpose Monochromatic Hard X-ray Station	五十嵐教之	M. Mukhopadhyay(Saha)	
	BL-18C	超高圧下粉末回折計	亀卦川卓美	中野智志(物材研)	
	BL-20B (ANBF)	<u>Multipurpose Monochromatic and</u> White Beam Hard X-ray Station	河田洋		
	BL-27B	放射性試料用X線実験ステーション	宇佐美徳子		
	AR-NE1A	レーザー加熱超高圧実験ステーション	亀卦川卓美		

				BL-15B2	<u>表面界面X線回折実験ステーション</u>	杉山弘	
	高温高圧実験ステーション			BL-15C	精密X線回折ステーション	平野馨一	
AR-NE5C	/MAX80	<u> </u>		BL-17A	<u>タンパク質結晶構造解析ステーション</u>	五十嵐教之	
	X線イメージングおよび高温高圧実験	丘萊 二行		BL-18B	Multipurpose Monochromatic	五十嵐教之	M.
AR-NETA	ステーション	<u> </u>		(インドDST)	Hard X-ray Station		Mukhopad
AR-NW2A	時分割XAFS及び時分割X線回折実験	阿部仁		BL-18C	超高圧下粉末回折計	亀卦川卓美	中野智志(
	ステーション		BL-20B	Multipurpose Monochromatic and	河田 洋		
AR-NW10A	XAFS実験ステーション	仁谷 浩明		(ANBF)	White Beam Hard X-ray Station		
AR-NW12A	タンパク質結晶構造解析ステーション	CHAVAS,		BL-27B	<u>放射性試料用X線実験ステーション</u>	宇佐美徳子	
		Leonard		AR-NE1A	レーザー加熱超高圧実験ステーション	亀卦川卓美	
AR-NW14A	時間分解X線回折実験ステーション	足立 伸一		AR-NE3A	タンパク質結晶構造解析ステーション	山田悠介	

軟X線回折装置 at BL-16A

BL-16A: 可変偏光X線分光ステーション 偏光モード: 左右円偏光、水平・垂直直線偏光 測定可能波長領域: 250-1800eV エネルギー分解能: 0.1 eV (500 eV - 1500 eV) ビームサイズ: 縦50μm、横100-200μm

軟X線用 2軸回折計 2⊖可動範囲: 0-170° 真空度: < 1x10⁻⁵ Pa 検出器: PD, MCP

Heフロークライオ: 試料位置25-350K

 ・ 軟X線領域での共鳴X線散乱
 ・
 3 d遷移金属: L_{2,3}-edge(2p->3d)
 希土類金属: M_{4,5}-edge(3d->4f)
 軽元素(0、P、S...): K-edge





軟X線回折計の改修

精度が高く、かつ、快適な 共鳴軟X線散乱実験を目指して

改修項目と趣旨

①4象限スリットの設置
= S/N向上(迷光、backgroundのカット)
②検出器の上下駆動機構 ≒ x 駆動
③架台調整機構+pin hole
= 光軸微調整
④xyz-stageモーター駆動
= 試料位置調整
⑤パルスカウント検出器

= 微弱信号の検出



 $\pm 40 \text{ mm}$ ⇔x ~ ± 17







超伝導磁石搭載
 軟X線回折装置の建設



科研費·基盤研究S

X線・軟X線を相補的に利用したCMRC研究成果1 Artificial superlattice: $[(LaMnO_3)_m(SrMnO_3)_m]_n$ 'I SAT Charge distribution of Mn ion 10^{2} L6S6 Degree of charge ordering L5S5 H=0,7T 10^{1} 10^{0} $\rho \; (\Omega cm)$ _**4**S4 10^{-1} 10⁻² (stacking direction) L3S3 10-3 100 200 300 0 Temperature (K) **Mn**⁴⁺ 100 95 (001) Mn³⁺ 90 Intensity (a.u.) 85 +2 80 Sine No charge **Rectangle** Alpha 75 wave ordering 70 65 =>中尾さんの講演 60 6.52 6.56 6.50 6.54 6.58 6.60 6.3 Energy (keV)

X線・軟X線を相補的に利用したCMRC研究成果2



X線・軟X線を相補的に利用したCMRC研究成果3

La_{1.5}Ca_{0.5}CoO₄



Future Plans: 軟X線

Small Angle Resonant Soft X-ray Diffraction



Temp: 5 – 300 K, Mag: ±0.4 T



軟X線小角(共鳴)散乱

Future Plans: Small-angle Resonant Soft X-ray Scattering 軟X線

SARSXS

180°

10 nm



- Elements selective

Energy

10 keV

1 keV

0.1 keV

- Valence electron density: charge ordering
- Site symmetry: orbital ordering
- Spin density: magnetic ordering circular pol. -> spin helicity

 $2dsin\Theta = \lambda$

SAXS

RSXS

1 nm





Future Plans: 軟X線

Skyermion Lattice



SANS



S Mühlbauer et al.,

Science 323, 915 (2009)

XZ. Yu et al., Nature 465, 901 (2010)



K. Chesnel et al., PRB **66**, 172404 (2002)



Surface, quantum dot...

 Vortex Lattice
 SANS

Phase separation, surface, quantum dot...

Resonant Soft X-ray Scattering : Charge/Orbital/Spin order Small Angle: 10~100 nm Coherent Soft X-ray : Speckle Scattering XPCS : Domain dynamics, fluctuation

Under electric and magnetic field...

Future Plans: Coherent Soft X-ray Scattering 軟X線



Fe L-edge

Soft X-ray holography

Lensless imaging of magnetic nanostructures by X-ray spectro-holography

Future Plans:

軟X線

S. Eisebitt¹, J. Lüning², W. F. Schlotter^{2,3}, M. Lörgen¹, O. Hellwig^{1,4}, W. Eberhardt¹ & J. Stöhr²





Eisebitt et al. Nature (2004) 432, 885.

Future Plans: X-ray photon correlation spectroscopy 軟X線



Self correlation function

$$g_2(Q,\tau) \equiv \frac{\langle I(Q,t) I(Q,t+\tau) \rangle}{\langle I \rangle^2}$$

Domain Fluctuation, Dynamics



まとめ ーX線と軟X線の相補的利用ー

- X線 vs. 軟X線
- エネルギー 2 keV 以上 0.1 2 keV

手法 回折·散乱·分光 分光·散乱·回折 共鳴散乱 磁気円二色性 線二色性 XAFS 光電子分光 非弾性散乱 結晶構造 情報 電子構造 電荷分布 電子自由度秩序 静電ポテンシャル(電荷秩序・スピン秩序・軌道秩序) ダイナミックス(格子振動・電荷密度波・スピン波・軌道波) 電荷相関関数・スピン相関関数・・・・・