

PF 懇談会だより

「X線反射率法ユーザーグループ」 発足にあたって

物質・材料研究機構 桜井健次

X線反射率法ユーザーグループは、2001年度PF研究会「X線中性子反射率/散乱法による薄膜・多層膜の構造解析」を母体とし、2002年3月18日に、PF懇談会の20番目のユーザーグループとして結成されました。参加メンバーは、2002年4月17日現在、33名です。

X線反射率法は、非破壊に薄膜・多層膜の深さ方向の内部構造を簡便に与えたいへん実用的な技術です。反射スポットは、X線(典型的には4~25 keV)と試料の間の角度(典型的には0~2 deg)を変化させた時、あるいは角度を固定してX線の波長を変化させた時に、特徴的な干渉縞を含む強度プロファイルとして検出され、理論式と実験値のフィッティングやフーリエ解析によって、密度や各層の厚み(典型的には1~数100 nm)や界面のラフネス(典型的には0.1~5nmrms)および急峻さの解析を行うことができます。放射光を用いると、薄膜の化学組成に応じて最適なX線波長を選んで精度の良い解析を行うことができ、さらに異常分散効果を利用することも、あるいは、フラックスの強さを利用してin-situの実験を行うことも可能になり、応用範囲をいっそう広げることができます。反射スポットの周囲には微弱な散漫散乱が観測され、これらのプロファイルを精密測定することにより、表面および“埋もれた界面”の詳細なモルフォロジーを解析することができますし、同じ斜入射配置のもとでのin-plane X線回折、また同配置での小角散乱(GISAXS)も薄膜・多層膜の有力な構造解析法があります。以上のようなX線反射率法の有用性はよく知られており、歴史的にはわが国においても先駆的な研究がなされていますが、諸外国と比較すると、研究の量的な広がりレベルに大きな差があります。欧米諸国では、表面X線中性子散乱(SXNS, surface X-ray and neutron scattering)国際会議を継続的に開催しているコミュニティが存在しますが、残念ながら、わが国では未成熟です。その背景には、実験環境、端的には、放射光施設における常設のX

線反射率法ビームライン・ステーション・実験装置の数と完成レベルの差が大きく水をあけられていることも考慮しなくてはいけないのではないのでしょうか。標記PF研究会では、そのような問題意識のもとで、X線反射率法と薄膜・多層膜というキーワードで語られる多彩なサイエンスとテクノロジーの将来展望が語られました。それらを具体化するための行動の第一歩として、今回、国内の研究者有志を集め、将来に向けて行うべき共同の行動プログラム等を協議するために、結成されました。

X線反射率法ユーザーグループは、単なるサロンではありません。PF研究会や各種学会合等を活用し、参加メンバーのそれぞれがめざすサイエンスとテクノロジーについての知的刺激の大きい、緊張感のあるディスカッションを継続的に組織します。また、X線反射率法による薄膜・多層膜の構造研究の推進に効果的なビームライン、実験ステーション、機器の仕様を検討し、機会をとらえてPFへの提案等を行います。既確立の放射光計測技術の利用のみならず、ERL等の新光源計画をも視野に入れた未来のX線反射率法による新しい実験研究についての検討や、新しい解析ソフトウェアの開発に関する検討を行います。さらに中性子反射率法による研究をおこなっているコミュニティとの交流を活性化し、新たな実験技術・手法や応用の展開をはかります。以上のような活動を合理的かつ効果的に進めるために、メーリングリストやホームページ等の電子情報ツールを活用します。

なお、X線反射率法ユーザーグループのメンバーは、次のような目安で結集していますので、この記事をご覧になって興味を持たれた方は、ご遠慮なく加わっていただきたいと思います。若い研究者やこれから始めようという初心者の方も、熱心な方はどなたでも歓迎いたします。

- (1) PFにおいてX線反射率法による薄膜・多層膜の構造解析等を目的とする実験研究を熱心に行おうとする研究者(大学等の研究者だけでなく、企業関係者も歓迎する)
- (2) PFにおけるX線反射率法による薄膜・多層膜の構造解析等を目的とする実験ステーションや機器の整備に関する設計、製作、立ち上げ調整等に主体的に参加・寄与する研究者
- (3) PFにおけるX線反射率法による薄膜・多層膜の構造解析等を目的とする実験ステーションや機器の整備に関して特別な要求・提案のある研究者、お

よび多くのビームタイムを使用して研究を行う計画を持つ研究者

(4) その他の研究者

連絡先：物質・材料研究機構 材料研究所 高輝度光解析グループ 桜井健次

(TEL: 0298-59-2821 FAX: 0298-59-2801,

e-mail:sakurai@yuhgiri.nims.go.jp)

または、PF 内世話人 平野馨一

(e-mail:keiichi.hirano@kek.jp)

ホームページ： <http://www.nims.go.jp/xray/xr/>

構造物性グループミーティング報告

物質科学第二研究系 澤 博

立教大学くさつキャンパスでの物理学会にあわせて PF 構造物性グループミーティングが開催され、以下のような報告・議論が行われましたので、報告いたします。

日時：2002年3月25日 19:00~21:00

場所：滋賀県大津市、一丁来

1. KEK-PF の現状報告

BL、ステーションとしては特に大きな問題なく運営されている旨報告された。ただし、2.の評価で報告されたようなアクセサリ関係の問題点があることも報告された。

●1B の現状：マシントラブルも多いが、現在のところ装置の修理も済み、順調に動いているとのこと。圧力測定用のレーザー装置を導入した。自動圧力制御装置を今後導入予定。

●4C、16A2 の回折計に関しては、特に問題なし。クレーンを新たにハッチ内に取り付けたことを報告。16A2 は、モノクロメータが割れて以来、調子が悪い。次期の最初に調整を行う予定である。

●9C は、順調に稼動はしているものの、マシンタイムの交代時における回折計の出し入れや、それに伴う備品の管理などで、スタッフにとっても、ユーザーにとっても作業が負担となっている。

2. BL 評価結果について

昨年度の 1B、4C、16A2 の外部評価の報告。

●4C、16A2 については共鳴散乱実験の成果により大変評価が高かった。

●一方で、超伝導マグネット、ダイヤモンドアンビルセル (DAC) などのアクセサリが足りていないのではないかと指摘があったことについて言及し、これまでにビームラインで使用されていた実験用アクセサリで、PF 所有のものでなく重要なアクセサリの一部が借り物であったことを報告した。今後、PF にて、それらアクセサリの整備を行ってもらえるよう要求していく旨報告された。

-- 質問 (関西原研・水木)：アクセサリの導入はいつ頃か。また、評価は目に見える形ではねかえって来るのか。

→ 返答 (KEK-PF・澤)：導入については分からないが、予算次第。評価に対する措置についても私には答えられない。

●1B は、高圧低温などの極端条件下での実験が可能である、PF の独自性の強いビームラインであるにもかかわらず、論文数が足りないのではないかと指摘があったことを報告。この件に対して、マシンの安定性が低い(澤)、辛い評価は外国の同等の粉末回折計と比較したものであろうが、ゆっくりと時間をかけて、新しいものを作ろうとしている PF のスタイルとの違い (東北大理・村上) とのコメントがあった。

●16A2 は、評価が高いにもかかわらず、ビームラインの利用に対して、先行き不透明なところが不安。

●スタッフ数に比べて、ステーションの数が多すぎるのではないかと指摘があった。

3. 新ビームライン BL-1A の立ち上げ状況 (KEK-PF・戸田)

●BL-1A は、新プロと CERC の協同プロジェクトとして建設された。これまで放射光を利用してこなかった化学系の研究者にも実験を行ってもらい、研究支援システムとしての役割があり、そのための実験装置として、湾曲型 IP 回折計を利用可能(これから立ち上げ)。また、強相関電子系における軌道・電荷・スピンの自由度の秩序化と物性のかかわりについての研究を目的とした実験装置として、Huber 社製 7 軸回折計を導入。5~20KeV のエネルギー域で実験が可能。ただし、現在はまだ立ち上げ期間中であるとの報告がなされた。

●今後の作業としては、温度制御の自動化、ホームページの作成などを予定している。

4. SPring-8 の状況について；

<原研の構造物性ビームライン BL22XU の紹介
(関西原研・稲見氏) >

- U (ウラン) の M 吸収端の実験を行うために、3.5 keV の X 線が使用できるように設計された。光源は、真空封止型アンジュレータを用いている。モノクロメータは、低エネルギー用と高エネルギー用の 2 台あり、低エネルギー用モノクロメータで 3.1~37 keV の範囲、高エネルギー用モノクロメータで 50~70 keV の範囲をカバーする。ハッチは、リング棟実験ハッチと、RI 棟実験ハッチがある。
- リング棟実験ハッチでは、キュービック型マルチアンビルセルを用いた高温高压実験、DAC を用いた粉末および単結晶の高压実験が可能である。
- RI 棟実験ハッチでは、主に 3d 遷移金属の K 吸収端、ランタノイドの L 吸収端、アクチノイド (U) の M 吸収端を用いた共鳴回折実験を計画中。実験装置は、垂直振りの四軸回折計と水平振りの二軸回折計が設置されている。四軸回折計では、軌道秩序、磁気秩序、電荷秩序などの共鳴回折実験を予定。二軸回折計では、超伝導マグネットを載せた磁場下での回折実験を計画しており、磁場誘起の四重極秩序、構造相転移などの研究対象がある。また、超伝導マグネットを用いた磁気円二色性の実験も可能である。
- 今後のスケジュールとしては、6 月末のサイクルでの実験を目標としている。

-- コメント (東北大理・村上) : BL22XU の共同利用は全体の 20%ほどである。その他 80%は原研の内部利用であるが、外部のユーザーには、原研との共同研究により、この内部利用の時間枠を利用してもらうことが可能である。

-- コメント (KEK-PF・澤) : BL22XU は構造物性グループの目玉でもあるので、大いに利用していきたい。

<磁性材料ビームライン BL39XU の現状
(広島大理・石松) >

- アンジュレータ光源を用いて、5.8~37 keV のエネルギー域での実験が可能。常伝導マグネット (1T)、超伝導マグネット (10T、6T+高压)、He 循環型冷凍機 (常圧・高压) などを装備。
- 極限環境下での磁気吸収実験 (遍歴磁性化合物の磁気体積効果など) や、非共鳴磁気散乱によるスピン、軌道磁気モーメントの分離実験などを予定。軸合わせのゴニオが足りない。

-- 質問 (東北大理・中尾) : 常圧下での非共鳴の磁気散乱は良く見えているのか。

→ 返答 (広島大理・石松) : フェリ磁性体 HoFe ガーネットでは、Ho からの軌道と Ho と Fe からの total スピンが分離でき、それらの温度変化も良く見えた。

-- コメント (JASRI・寿栄松) : 非共鳴の実験に関しては、BL46XU も立ち上がっているので、使ってほしい。

-- 質問 (関西原研・石井) : 課題の申請はどうすればいいのか

→ 返答 (JASRI・寿栄松) : BL46XU では、70%が内部利用で、30%が外部利用。

5. 原研 T2-2 FONDER の現状について
(東北大多元研・野田)

- MnF₂ の磁気散乱が 1000 cps 程度で観測でき、結晶構造解析と磁気構造解析を行ない、核密度分布と 3d⁵ のスピンを担っている電子密度分布を得ることが出来た。YMn₂O₅ の反強磁性相転移と強誘電相転移における磁気構造の研究、および水素結合系物質の核密度分布を中性子で調べ電子密度分布を X 線で調べて電子分極率の研究などが出来るようになった。ユーザーに対しては、約 115 日間程度、装置グループ (IMT) に対して約 40 日間程度の配分になっている。単結晶の大きさは、2 mm 角で十分である。

6. 次世代パルス中性子の単結晶構造物性のグループについて (防衛大・阿部氏)

- 強度が 100 倍程度強くなるので、同じ試料で X 線と中性子回折実験とが行え、相補的な研究が出来る。試料を動かさずに広い逆格子空間を一挙に取れるので、散漫散乱、磁気散乱、超格子反射などの温度変化を簡単に取ることが出来る。

●単結晶構造物性関連の提案テーマが少ないので、ビームラインのポートすらもらえない可能性あり。KENS の FOX のユーザーが非常に少ないことも状況を厳しくしている。グループでは、回折計を購入する予算もない。

●単結晶構造物性グループで始められる新しい実験アイデアがあれば、3/31 までに、E-mail で送ってほしい。ビームライン選定にかかわる問題である。5 月に TOF の勉強会を高エネ研で行う予定。

-- コメント (KEK-PF・澤) : トップダウン方

式で大型設備が立ち上がる時代は終わったと思う。構造生物学の分野では、やりたいことがあるからBLを要求するというボトムアップで成果を挙げているように見える。サイエンスは、夢を語れなければ終わりである。誰にでも分かる重要性をこのグループから発信することが必要である。

利用者アンケートの実施報告

利用幹事 朝倉清高（北大）

PFも20周年を迎え、PFの次期将来計画も組上に乗irtつある。2年前にも、PF2に向けた放射光の夢と言うテーマでアンケート調査が行われたが、その時と比べて、独立行政法人化やKEKの所内事情、高輝度放射光源計画等、PFを取り巻く環境が著しく変化をはじめている。そこで、今回再びユーザーの意見を集約する必要があると考え、PFシンポジウムに向けた新しいアンケート調査を実施した。

実施の方法としてユーザーグループと個人(Webを通して)の両方からの意見聴取を行なったが、全ユーザーグループより意見が出されたわけでないため、今回は中間報告という形にとどめた。ここでは、その概要について簡単に記す。

第1の設問概要は、VUV-SXの高輝度光源計画が進むものとして、PFにおけるVUV-SXのアクティビティはどうかという点についての設問である。PFが即座にVUV-SX領域から撤退すべきであるという意見は少数派であった。とはいうもののVUV-SX中心の挿入光源を建設するという昨年来の直線部増強計画に対しては、見直しと言う意見が過半数を占めている。また直線部増強計画に伴い必然的にステーションのScrap and Buildが進むことになるが、これにたいしては、適当な段階で関係ユーザーの意見聴取を求めている。

第2設問はPFの将来計画についてである。2年前はRing型を望む声が多かったが、今回はERLという新しい光源への関心が高まった。もちろん、ERLの中身について、ユーザーに浸透していないため、期待が高まっただけかもしれないが、ERL+RING構想を含めて、今後の検討課題と思われる。

さて、残りの設問はPFのユーティリティについてであったが、ここでは宿舎に関してのみ記す。

圧倒的多数の方がtwin roomの廃止を訴えている。一方宿舎それ自身には、満足しているようである。しかし、この結果は、現在の宿舎には耐えられないという学生や若い人から個人的によく聞く声とは反対で、意外な結果でもある。アンケートのコメントをよく読むと、安い宿泊施設を提供してもらえるのは、多数の学生をつれてくるときに助かるといった意見もあり、アンケートの回答者が、かなり年配の方であることに起因しているものと判断できる。若い人たちの意見も集約し、改善できる点は改善し、若い人たちに魅力を与える施設にするべきであろうと感じた。

年度末忙しい時期にもかかわらず、多くの方のご協力ありがとうございました。今回は締め切りまでの時間も短かったため十分な会員の皆様のご意見が集約できませんでした。引き続きユーザーグループの意見を求め、アンケートの充実を図っています。詳しいアンケート結果のまとめは改めて報告させていただきます。

平成13年度第2回PF懇談会 運営委員会議事メモ

日時：平成14年3月18日（月）19:30-22:00

場所：高エネルギー加速器研究機構

PF研究棟2階会議室

出席者：(所外委員)：朝倉清高（北大、利用）、雨宮慶幸（東大、会長）、猪子洋二（阪大）、太田俊明（東大）、尾嶋正治（東大）、桜井健次（物質・材料機構、行事）、佐々木聡（東工大）、高橋敏男（東大）、虎谷秀穂（名工大）、野田幸男（東北大）、藤森淳（東大）、村上洋一（東北大）
(ユーザーグループ代表) 河内宣之（東工大）、島田広道（産総研）、兵頭俊夫（東大）、百生 敦（東大）

(所内委員)：飯田厚夫（庶務）、大隅一政、小林正典、柳下 明、(野村昌治)

(幹事) 河田 洋 (PF、利用)、芳賀開一 (PF、会計)、藤岡洋 (東大・編集)、間瀬一彦 (PF、行事)、
1) 野村主幹より施設報告が行われた。
2) 庶務幹事より、次期PF懇談会運営委員の選挙経過と結果について報告があった。
3) 利用幹事よりメーリングリストを利用した懇談会会員に対するアンケート結果について報告が行われた。今回のアンケートは時間が不足

していると思われるので、引き続きユーザーグループからの回答を求めることとした。

- 4) 申請のあった「X線反射率法ユーザーグループ」(代表者: 桜井健次(物質・材料研究機構))について審議を行い、ユーザーグループとして承認することとした。(利用幹事)
- 5) 編集幹事より、PF ニュースの編集方針について報告があった。
- 6) 会計幹事より13年度予算執行状況についての説明があった。決算は年度終了後行うこととした。
- 7) 次期PF懇談会会長として佐々木聡委員を選出した。
- 8) PF懇談会総会の議題について審議した。
- 9) PFシンポ「PFの運営について」セッションの内容について議論を行った。
- 10) 国際交流施設について野村主幹より報告があった。

平成13年度PF懇談会総会議事録

日時：平成14年3月20日(水) 12:50-13:20

場所：高エネルギー加速器研究機構

3号館セミナーホール

- 1) 総会議長に虎谷秀穂会員(名工大)を選出した。
- 2) 雨宮会長から今年度PF懇談会の活動についての総括が行われた。
- 3) 庶務幹事より、名簿発行および、次期PF懇談会運営委員の選挙経過と結果について報告が行われた。
- 4) 利用幹事より新ユーザーグループの紹介とアンケートについて報告が行われた。
- 5) 行事幹事より、講習会についての報告が行われた。
- 6) 会計幹事より13年度予算執行状況についての説明が行われた。
- 7) 編集幹事よりPFニュースの発行状況と編集方針についての報告が行われた。

PF懇談会次期運営委員選挙結果について

(任期：平成14年4月～平成16年3月)

PF懇談会会則第10条および細則第4条に基づき、次期運営委員の選挙が行われた。PF外運営委員候

補者として、PF外会員およびユーザーグループからの推薦に基づき2月初旬に30名が選出された。その後、PF外会員による選挙を行い(平成14年3月1日投票締め切り。投票総数197通、内有効票数192通)、上位得票者20名が次期運営委員として選出された(細則第4条に基づく)。選挙管理委員は会長指名により、桜井健次(物質材料研究機構)、小林克己(PF)、飯田厚夫(PF)各会員であった。PF内運営委員は、PF内会員中から選出された。次期運営委員の名簿を別掲する。

平成13年度第2回PF懇談会 幹事会議事メモ

日時：2002年3月6日(水) 15:00-17:00

場所：PF実験準備棟輪講室

議題：活動計画

出席者：雨宮慶幸(東大、会長)、桜井健次(物質・材料機構、行事)、藤岡洋(東大、編集)、河田洋(PF、利用)、間瀬一彦(PF、行事)、飯田厚夫(PF、庶務)

- 1) 次期PF内外運営委員選挙経過および開票結果が報告された。
- 2) PF懇談会メーリングリストが桜井幹事の努力により作成されたことが報告された。
- 3) ユーザーアンケートの途中経過が報告された。アンケート結果の集計方法について議論を行った。まとめは利用幹事、会長、桜井幹事が担当することとなった。
- 4) KEK法人化についての機構の情報を会長名でメーリングリストに流すことにした。
- 5) PFシンポの「運営」セッションについて検討を行った。
VUV・SXとPFの関係(松下副所長)、KEKとIMSSの将来(木村所長)およびつくばキャンパス将来構想、交流センターについて報告と議論を行うことを検討した。
- 6) 3/18に開催されるPF懇談会運営委員会の議案を検討した。
- 7) 3/20に開催されるPF懇談会総会の議案を検討した。
- 8) ユーザーグループのメンバー把握のため、名簿を提出してもらうことを検討することとした。

PF懇談会運営委員メンバー（任期：2002年4月～2004年3月）

	氏名	所属
所 外 委 員	朝倉 清高	北海道大学触媒化学研究センター
	雨宮 慶幸	東京大学大学院新領域創成科学研究科
	太田 俊明	東京大学大学院理学系研究科
	尾嶋 正治	東京大学大学院工学系研究科
	柿崎 明人	東京大学物性研究所
	桜井 健次	物質・材料研究機構・材料研究所
	佐々木 聡	東京工業大学応用セラミックス研究所
	辛 埴	東京大学物性研究所
	高橋 敏男	東京大学物性研究所
	田之倉 優	東京大学大学院農学生命科学研究科
	虎谷 秀穂	名古屋工業大学セラミックス研究施設
	中井 泉	東京理科大学理学部
	中川 敦史	大阪大学蛋白質研究所
	野田 幸男	東北大学多元物質科学研究所
	旗野 嘉彦	九州大学大学院総合理工学研究院
	三木 邦夫	京都大学大学院理学研究科
	村上 洋一	東北大学大学院理学研究科
	横山 利彦	分子科学研究所
	若林 克三	大阪大学大学院基礎工学研究科
	渡邊 信久	北海道大学大学院理学研究科
所 内 委 員	飯田 厚夫	物質構造科学研究所・物質科学第二研究系
	伊澤 正陽	物質構造科学研究所・放射光源研究系
	伊藤 健二	物質構造科学研究所・物質科学第一研究系
	大隅 一政	物質構造科学研究所・物質科学第二研究系
	河田 洋	物質構造科学研究所・物質科学第二研究系
	小林 克己	物質構造科学研究所・物質科学第二研究系
	小林 正典	物質構造科学研究所・放射光源研究系
	野村 昌治	物質構造科学研究所・物質科学第一研究系
	松下 正	物質構造科学研究所
	柳下 明	物質構造科学研究所・物質科学第一研究系

幹事会メンバー

	氏名	所属
会長	佐々木 聡	東京工業大学応用セラミックス研究所
利用幹事	岩住 俊明	物質構造科学研究所・物質科学第一研究系
	小林 幸則	物質構造科学研究所・放射光源研究系
	齋藤 智彦	東京理科大学理学部
行事幹事	高橋 敏男	東京大学物性研究所
	佐藤 衛	横浜市立大学大学院総合理学研究科
広報幹事	桜井 健次	物質・材料研究機構・材料研究所
庶務幹事	宇佐美德子	物質構造科学研究所・物質科学第二研究系
会計幹事	土屋 公央	物質構造科学研究所・放射光源研究系
編集幹事	櫻井 浩	群馬大学工学部