

表面 X 線散乱の時分割測定技術 — in situ 測定を目指して —

SATテクノロジー・ショーケース2016

■ はじめに

物質の表面・界面や薄膜の研究において重要なトピックスの一つとして、化学反応中や薄膜成長中にどのように原子的構造が変化して新しい物性や機能が生まれるかを探求することがある。表面X線散乱法は薄膜や表面の構造研究のための重要なプローブとして認識されている。X線反射率法は、気体・固体、気体・液体、固体・固体の埋もれた界面や、結晶性を持たない薄膜にも広く応用されている。また結晶トランケーションロッド散乱は、結晶表面において周期的構造が打ち切られることにより、ブラッグ条件を満たす条件(逆格子点近傍)から大きくはなれた角度位置においてもある程度の散乱強度が観察されるもので、これと表面原子層からの散乱の干渉の結果振動的な強度変化が現れることがある。それを測定することにより結晶表面・界面の構造を精密に決定できる。逆格子マッピングの手法はエピタキシャル薄膜の構造研究などに広く応用されている。しかしその測定に放射光を用いたとしても、単色X線の試料への視射角の関数として散乱X線強度を測定する角度分散法が一般的に用いられており、測定には試料の種類や走査範囲に依存して数分～数時間の時間を要し外的刺激が加わった後や化学反応中の構造変化を実時間追跡することは、極めて遅い変化の場合(数分～10分程度の時間分解能)を除いては行われていない。

本研究では、不可逆あるいは繰り返しが難しい場合にはサブ秒～秒の、可逆あるいは繰り返しの可能な場合には数十ミリ秒の時間分解能で、測定中にX線光学系、試料、検出器を機械的に動かすことなく表面X線散乱プロフィール全体を測定できる方法を開発した。

■ 発表内容

1. 手法の開発
2. 溶液中のシリコン酸化膜の成長過程(放射光、X線反射率曲線)
3. 紫外光照射中の酸化チタン表面の構造変化(放射光、結晶トランケーションロッド散乱)
4. 紫外光照射中のアズベンゼン含有LB膜の構造変化(放射光、X線反射率曲線)
5. 水面へのタンパクの吸着とunfolding(放射光、X線反射率曲線)
6. 実験室X線源を用いてのX線反射率曲線の迅速測定
7. 実験室X線源を用いての逆格子マップの迅速測定

■ 関連情報等(論文、特許関係)

“Dynamical Response of the Electric Double Layer Structure of the DEME-TFSI Ionic Liquid to Potential Changes Observed by Time-Resolved X-ray Reflectivity” Wolfgang Voegeli, et al., Phys. Chem. (2015) 印刷中.

“Real-time investigation of protein unfolding at an air-water interface at the 1-second time scale”, Yohko Yano, Etsuo Arakawa, et al., J. Synchrotron Rad. **20**, 980-983 (2013).

“Quick X-Ray Reflectometry in the Simultaneous Multiple Angle-Wavelength Dispersive Mode”, E. Arakawa, et al., J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 092002 (2013).

“A Simultaneous Multiple Angle-Wavelength Dispersive X-Ray Reflectometer Using a Bent-Twisted Polychromator Crystal”, Tadashi Matsushita, et al., J. Synchrotron Rad. **20**, 80-88 (2013).

“A method for measuring the specular X-ray reflectivity with millisecond time resolution”, Wolfgang Voegeli, et al. J. Phys.: Conf. Ser. **425**, 092003 (2013).

“Quick measurement of crystal truncation rod profiles in simultaneous multi-wavelength dispersive mode”, T. Matsushita, et al., J. Appl. Phys. **110**, 102209 (2011).

X線及び中性子線の反射率曲線測定方法および測定装置
高エネルギー加速器研究機構
松下 正、荒川悦雄
2010年7月5日
特願 2010-153310
http://astamuse.com/ja/published/JP/No/2012013659

散乱分布の測定方法および測定装置
高エネルギー加速器研究機構
松下 正、Voegeli Wolfgang、荒川悦雄、高橋敏男、白澤徹郎
2012年12月14日
特願 2012-273064
http://www.google.com/patents/WO2014092073A1?cl=ja

代表発表者 松下 正 (まつした ただし)
所 属 高エネルギー加速器研究機構
物質構造科学研究所
問合せ先 〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
TEL: 029-879-6106 FAX: 029-864-2801
e-mail: matsus@post.kek.jp

■キーワード: (1) 化学反応中の構造変化
(2) 薄膜成長中の構造変化
(3) 光刺激誘起反応中の構造変化

■共同研究者: W. Voegeli(東京学芸大)、荒川悦雄(東京学芸大)、白澤徹郎(東京大、物性研)、高橋敏男(東京学芸大)、矢野陽子(近畿大)、高橋由美子(高エネルギー加速器研究機構)