

表面析出ナノカーボン材料の探索と応用研究

先端プローブ顕微鏡グループ 藤田 大介

1. 背景・目的

先端材料科学においてグラフェンの有する機能物性に大きな関心が集まっているが、筆者らは Ni 単結晶/多結晶において固溶炭素表面析出を利用した超高真空 (UHV) 熱処理により多様なグラフェン由来ナノカーボン (多層グラフェン、ナノワイヤ、ナノベルト) を創成可能であること、さらに CuNi 合金においてカーボンナノワイヤ・グラファイト混合被膜の創製を見出した。このようなグラフェン由来ナノカーボンは電極材料、低ガス放出性 UHV 材料、低二次放出電子光学系材料などの応用が期待できる。本研究の目的は多様な応用を図るため表面析出ナノカーボンを創製可能な材料系を探索することである。

2. 研究成果

試作した UHV 炭素固溶炉を用いて真空固相拡散法により炭素固溶合金系 (多結晶系では Pt-C、Pd-C、Co-C 系、単結晶系では Pt(111)-C、Pd(111)-C) を作成した。炭素固溶濃度は熱処理温度により制御した。アルミナ懸濁液による鏡面機械研磨ならびにアセトン超音波洗浄を施した後、UHV にて高温 (~1300K) での固溶化処理ならびに急速降温処理によりカーボン超薄膜を創製した。EB 加熱機構を有する走査型オージェ電子顕微鏡による真空一貫解析により、ミクロンオーダーの単層~数層グラフェン被膜の成長を見出した。グラフェン層同定は、オージェ電子分光強度解析、共焦点レーザーラマン顕微鏡 (G ならびに D' ピーク) 解析、走査型プローブ顕微鏡解析により行った。顕微ラマン分光マッピング解析により、単層グラフェンや二層グラフェンを実証した。DFM 形状・位相計測、KFM ポテンシャル計測によりグラフェンが位相ならびに CPD イメージングにより同定可能であることを見出した。UHV 急冷熱処理により、グラフェン超薄膜被覆が可能になったことから新たな創製方法として特許出願を行った[1]。UHV-STM 解析により多層グラフェンにおける Moiré 超格子構造を明瞭に観測することに成功した (図 1)。直下層と弱結合していることから単層グラフェンと同等の電子状態や低次元機能物性が実現されると期待される。

3. 今後の方針

成長プロセスを解明するためには高温場解析がキーとなる。1800K 超高温 EB 加熱ステージ並びに 1100K その場計測を実現するための試料ステージ試作を行い、SiC(0001)基板表面でのグラフェン成長やグラフェン単離/転写技術の開発を試みる。

参考文献

[1] 藤田大介, 鷺坂恵介, 大西桂子
「グラフェン被覆材とその製造方法」特願 2008-261875

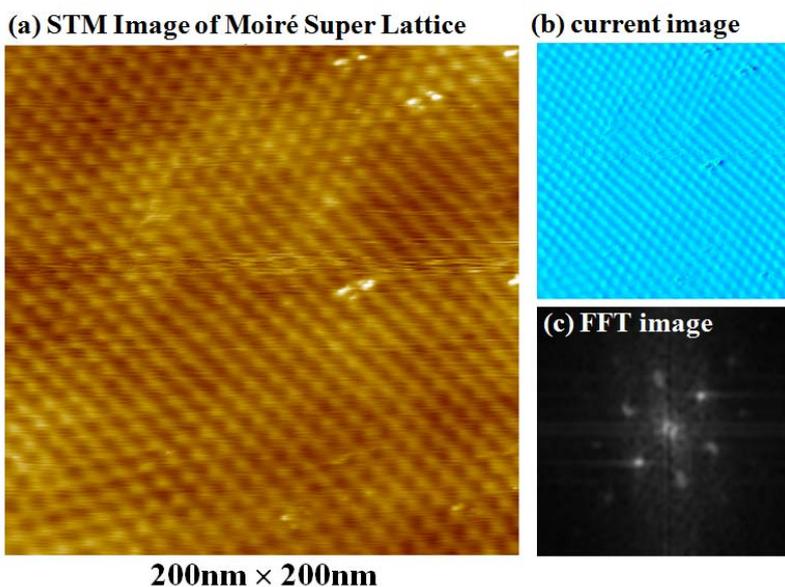


図 1.Ni(111 表面上に成長した多層グラフェンの Moiré 超格子の STM 像。

ストレス供給下における表面反応

先端プローブ顕微鏡グループ 板倉明子

1. 背景・目的

表面応力により酸化や吸着などの表面反応が変化することが知られているが、シリコン表面にイオン照射で作ったブリスターを酸素にさらすと、圧縮性の応力のかかっているブリスターの周辺部(リム部)で、酸化反応が促進されていること[1]に着目し、積極的に応力を印加した状態での表面状態や、反応の様子を研究している。局所応力によって、反応のパターンを制御することを試みているが、局所ストレスの現れ方に、薄膜の機械特性が大きく関係していることがわかってきた。今期は、薄膜材料のヤング率測定を行い、印加ストレスと変異の関係を明らかにするとともに、これまでに測定できなかった 10nm オーダーの極薄膜の硬度測定手法を開発する必要がある。

2. 研究成果

残念ながら、併任の形でフロント出向していたので、例年に比べて成果が少ない。

- ①アリルアミン薄膜(以下 PPAA 膜)の膨潤現象と、それを利用したヤング率測定[2]。ヤング率測定方法に関しては特許申請中[3]。
- ②ストレスを利用した二次元パターニングの特許取得[4]
- ③表面弾性派測定手法による、PPAA 膜、ノルボルネン膜などのヤング率測定に成功した。ただしいずれもまだ 100nm オーダーの膜厚範囲である。

3. 今後の方針

カンチレバー表面での反応パターンを作る。局所ストレスを作ったものの、反応パターンまでは見ることができていない。シリコンブリスターの作るストレス(GPa オーダー)に比べて、PPAA の作るストレスは数十 MPa と小さいので、大きなストレスを作れる膜のカンチレバーへの片面成膜法の確立が必要である。ヤング率測定に関しては、カンチレバーを使った測定法の信頼性を確認するために、表面弾性派測定を行っているが、より柔らかい膜についても、ある程度の厚みを持った膜などを利用して、測定可能領域の確認をしたいと思う。

成果と参考文献

- [1] 五十嵐、板倉、北島、中野、武藤、田辺、山本、北條、表面科学 **25**、30-35 (2004)
- [2] S.Igarashi, A.N.Itakura, M.Toda, M.Kitajima, Liqiang Chu, A.N.Chifen, R.Forch and R.Berger, "Swelling signals of polymer films measured by a combination of micromechanical cantilever sensor and surface plasmon resonance" *Sensors and Actuators B* **117**, pp43-49 (2006)年
- [3] 中村(板倉)、五十嵐、戸田、Berger、特願 2007-053334 「薄膜のヤング率相当の機械特性の測定方法とそれに用いる装置」
- [4] S.Igarashi, A.N.Itakura, M.Kitajima, R.Berger, Patent No.; US 7,495,238 B2, Date of Patent;Feb.24.2009

AFM探針形状効果補正プログラムの開発

先端プローブ顕微鏡グループ 大西 桂子

1. 背景・目的

絶縁体を含めた一般的なナノ形状計測では、原子間力顕微鏡（AFM）が主に用いられるが、AFMを用いて得られるナノ構造体の観察像では、通常 AFM 探針の先端形状等の影響を受けて、膨張した像しか得られない。分解能劣化像を補正して真の像を推定するには、探針の先端形状を知る必要がある。

本研究は、前年度に引き続き、探針形状効果を AFM 測定画像から取り除くプログラムを開発するものである。19年度に開発したプログラムはプロトタイプであり、自動化されてない部分が多い。実用化のためには、標準ナノ粒子を測定したデータをインプットすることにより自動的に探針先端形状を求めることが必要である。誰でも簡単に AFM 像の探針先端形状効果が補正でき、異なる探針で測定した AFM 像を補正像において相互に比較できるような実用的なソフトウェアを開発することが、目標である。

2. 研究成果

昨年度に引き続き、プログラミングソフトウェア MATLAB により、あらかじめ各種方法により求めた探針形状を用いて、AFM 測定像から探針形状効果を取り除く画像補正プログラムを開発した。開発した、または開発中のプログラムは、3種類である。すなわち、①測定した AFM 像から探針先端形状効果を取り除くプログラム、②既知のナノ構造をあらかじめ計測することによって探針先端形状を求めるプログラム、③装置固有のデータフォーマットを提案中の標準フォーマットに変換するプログラムである。

①は、標準フォーマットによる AFM 測定データと探針形状データにより、元の画像と補正した画像を比較表示することのできるプログラムである。装置に依存せず探針形状効果を補正することができる。

②は、標準ナノ粒子など、既知のナノ構造を多数配置した試料を実際の AFM 計測の前後に測定することにより、探針形状を推定するものである。この方法では、通常用いられる楕型のチップアナライザーが走査方向の断面形状しか測定できないのに対して、3次元形状を測定できることが特徴である。今年度は、ナノ粒子以外のナノ構造で、より簡便かつ正確に探針形状を推測できるものはないか検討した。そのため、予定していた試料作製法の最適化や手順書化はできなかった。③は、装置のメーカーなどに依存せず、どの AFM で測定したデータでも扱えるようにするものである。今年度は、2社のデータフォーマットに対応した。この標準フォーマットが ISO 化されれば、各装置に搭載されることになると思われるが、それ以前に測定したデータについても変換できるので、このプログラム単体でも有用である。

3. 今後の方針

上記③の装置固有のデータフォーマットを提案中の標準フォーマットに変換するプログラムを、現在使われている各社のフォーマットに対応する。上記②の探針先端形状を求めるプログラムに最適な標準試料を決定し、プログラムを改良する。また、プログラムの改良だけでなく、探針先端形状を求めるために計測する試料の作成法の最適化、手順書化、もあわせて行いたい。

参考文献

- [1] 大西桂子,藤田大介,真空 **51**, 165 (2008)

低次元電子系の磁場中 STM/STS 計測

先端プローブ顕微鏡グループ 鷲坂 恵介

1. 背景・目的

材料研究・開発において原子スケールの計測技術の高度化は重要な研究テーマのひとつである。ナノ計測センターでは原子分解能電子状態計測技術をさらに発展させるために、物質表面に強磁場印加が可能な強磁場走査トンネル顕微鏡(STM)の開発に取り組んできた。この装置によって、電場や強磁場などの外場に応答を示す新しい材料の探索が可能となる。本研究では、特に低次元電子状態を有し、磁場印加に応答して興味深い物性が発現すると期待される材料表面の電子状態計測を行った。

2. 研究成果

強磁場 STM 計測によって興味深い物理現象が期待されるいくつかの材料表面について、表面作製法および表面構造を STM で検討してきた。ゼロ次元系として水素終端 Si(100)表面の孤立ダングリングボンドやドーパント原子、一次元系として Si(100)表面に作製した量子井戸構造、二次元系として Au(111)、CuAl(111), Sb(111)表面およびグラフェンなどである。その一例として、図 1 は Sb(111)表面の STM 測定の結果である[1]。図 1(a)はトポ像であるが、複数のステップがテラスを隔てている。挿入図は原子分解能で測定された Sb 原子像である。図 1(b)は同領域で測定された dI/dV 像であり、局所状態密度の空間分布に相当する。ステップと平行に見られる明暗は表面電子が作り出す定在波である。この定在波の断面プロファイルは複雑なパターンを示すが、二つの異なる波長をもつ電子定在波の重ね合わせによって完全に再現できることがわかった(図 1(c))。これは、過去の光電子分光測定の結果が示すように、スピン軌道相互作用によってスピン分裂した表面状態を検出したものである。

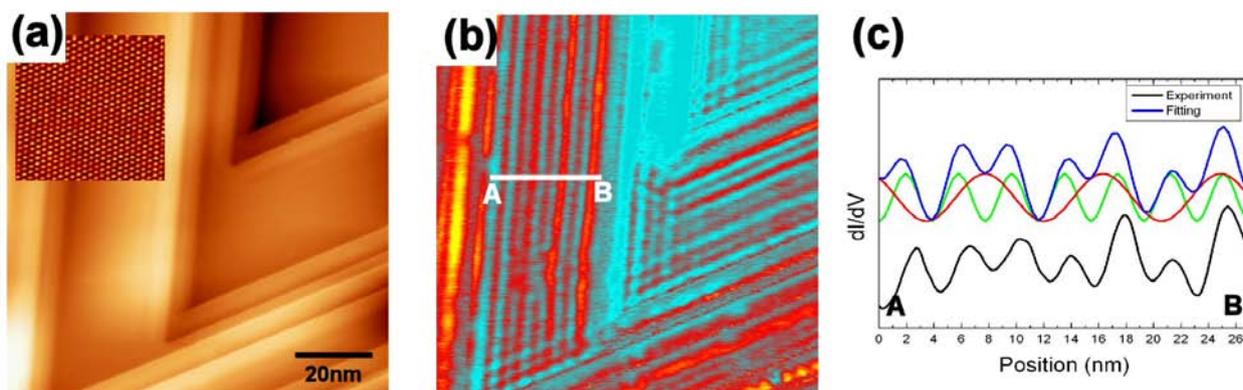


図 1 Sb(111)表面の(a)STM 像と(b) dI/dV 像, $V_s=-30\text{mV}$, $I=1.0\text{nA}$, $T=79\text{K}$. 図(a)の挿入図は同表面の原子像. (c)図(b)中の A-B に沿った断面プロファイルとフィッティング.

3. 今後の方針

上に示した様々な材料表面の電子状態を強磁場 STM で計測を行い、低次元電子状態と磁場の相互作用に関する基礎的研究を行うと同時に、強磁場 STM 装置の高性能化を図っていく。

参考文献

[1] K. Sagisaka and D. Fujita, unpublished.

人工有機ナノ構造における脳型演算の模倣

先端プローブ顕微鏡グループ Anirban Bandyopadhyay

1. 背景・目的

インテリジェントかつ大規模な演算の模倣を可能にする“ナノファクトリー”を実現するための要素技術となる“ナノブレイン”の創製

2. 研究成果

従来の演算処理プロセッサにおいては同時に処理できるのは1ビットである。有機分子ナノ構造では同時に複数ビットにアクセスすることが可能であり、脳の信号処理を模倣した非通常型の新しい計算方法として応用が期待できる。Au(111)表面上に分子スイッチ（4種類の状態を有する分子）の2層構造を蒸着する。STM探針により入力パターン(図2 00.40)を作製し、表面を連続的に走査することにより、その時間発展を観察する。STMイメージから分子の伝導状態を同定し、STM像を色づけしたボールにより構成された像に変換する。緑色ボール：1個の過剰電子、赤色ボール：2個の過剰電子、などにより表面の全電子を計数することができる。図2中のライン上において単位面積あたりの電子数をプロットしたものが図3である。得られたプロファイルに曲線をフィッティングすることにより拡散方程式の解を得ることができる。

$$\varphi(x,t) = \frac{14}{t^{1/2}} \exp\left(-\frac{(x-5.5)^2}{t}\right)$$

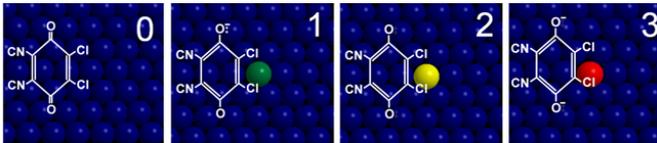


図1. 4種類の電導状態を有する分子スイッチ

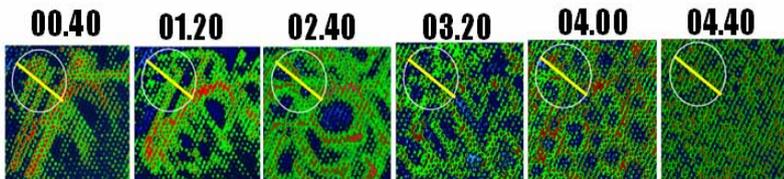
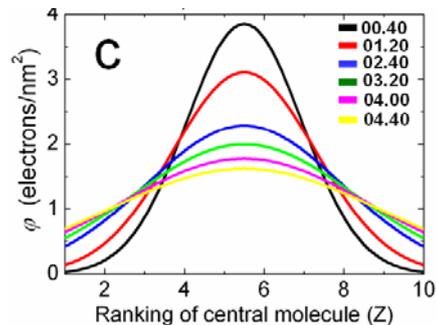


図2. 2分子層/Au(111)のSTM像.分子の電荷状態が時間とともに表面拡散する過程を示す(時間:分単位).

図3. 図2のラインで示したSTMプロファイルから求めた電子密度の時間発展.



発表誌

[1] Bandyopadhyay A., Acharya S., A16-bit parallel processing in a molecular assembly, PNAS. Vol.105. 3668-3672,(2008)

[2] Pati R., McClain M, Bandyopadhyay A., Origin of negative differential resistance in a strongly coupled single molecule-metal junction device, PRL. Vol.100. 246801,(2008)

弾性散乱分光法による表面励起効果の解明

先端表面化学分析グループ 田沼 繁夫

1. 背景・目的

定量的な表面電子分光法において、表面電子励起による光電子やオージェ電子の強度減衰は非常に大きく、無視できないことを筆者らはNiにおいて見いだしたが、依然として表面電子励起効果のエネルギー依存性や物質依存性には不明な点が多い。この効果によるピーク強度減衰の物質およびエネルギー依存性を知ることは表面定量分析の精度向上のためにはぜひとも必要である。そこで、弾性散乱分光法を用いて簡便に表面励起効果を推定する方法の開発を行った。

2. 研究成果

弾性散乱分光法により対象物質の表面励起効果(SEE)を知るためには分光器（検出器を含む）の透過関数と電子の非弾性平均自由行程(IMFP)が必要とされる。しかし、透過関数の測定は大変に難しく、精度のよい測定はなされていない。そこで、2つの物質を用いて、その弾性散乱ピーク強度比のエネルギー依存性を広いエネルギー範囲で測定し、SEEとIMFPを標準試料のIMFP値を仮定することなしに、2つの量を同時に決定するアルゴリズムの開発を行った。対象試料にはAuおよびCuを用いた。弾性散乱強度比の測定結果を図1に点で示す。

ここで、表面励起効果にOswaldの式が仮定するエネルギー依存性を持つこと、IMFPのエネルギー依存性はBetheの式に従うことを仮定すると、弾性散乱強度比は以下のように記述できる。

$$\left(\frac{I^{Au}}{I^{Cu}}\right) \approx \frac{\exp\left[-1/(a_{Au}\sqrt{E}+1)-1/(0.74\sqrt{E}a_{Au}+1)\right]H\{E/E_{p,Au}^2\beta_{Au}\ln(\gamma_{Au}E)\}}{\exp\left[-1/(a_{Cu}\sqrt{E}+1)-1/(0.74\sqrt{E}a_{Cu}+1)\right]H\{E/E_{p,Cu}^2\beta_{Cu}\ln(\gamma_{Cu}E)\}}$$

ここで、HはIMFPを変数とする背面散乱電子強度を表す。a、β、γはパラメータ、指数関数項は表面励起効果に相当する。したがって、モンテカルロ法により、IMFPとHの関係を求めておけば、式中のパラメータはエネルギーの異なる多数の測定点があれば最適化により決めることができる。計算結果を図1に示す。図において、実践は最適化したときの値、点線はHのみの計算値を示す。この方法で求めたAuおよびCuの表面励起効果を図2に示す。これよりこの効果はAu>Cuであった。特に、1000eV以下では、その効果は大きく20-30%にも達する。一方、Wernerらによる理論計算ではCu>Auであり、本研究とは逆の結果であった。本手法は誤差の見積もりも含めてさらなる検討が必要であるが、この方法が一般化できれば広い応用が期待される。

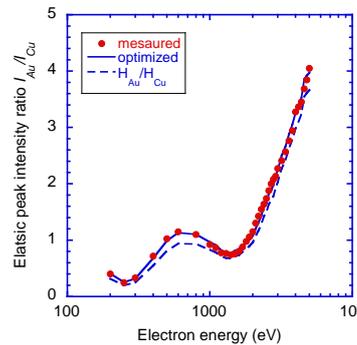


図1. AuとCuの弾性散乱ピーク強度のエネルギー依存性

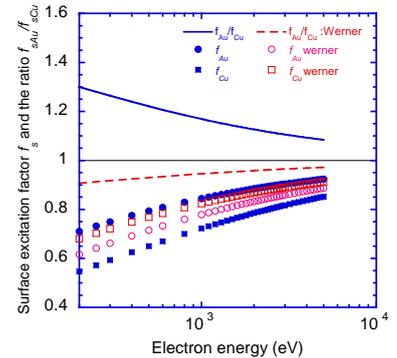


図2. 表面励起効果のエネルギー依存性。実線：本研究の結果、点線：Wernerらの計算値

3. 今後の方針

多数の元素について適用し、開発したアルゴリズムの有効性について検討する。

1. 背景・目的

スペクトルの様な情報量の豊富な分光データは、多くの場合分解能関数をはじめとした装置関数等の影響やノイズ、あるいは他のスペクトルの重複・重畳などの原因で、測定直後のデータからは必要とする情報を取り出すことが難しい場合が多い。本研究は、ナノ計測の基盤となる要素技術の一つとしての位置づけから、実測された分光データから有為な情報を確実に取り出すための技法について検討を行う。本年度は昨年度の成果を発展させ、Xα法のような局所密度近似によるクラスター計算法から、XPS や Auger 電子スペクトル、及び超軟X線スペクトルなどで測定された、今まで検討されていなかった基礎的な現象のいくつかを取り上げて解析を進める。また、分解能関数の形状が計測エネルギーの関数となっている場合の分解能向上処理に関するルーチンを引き続き検討する。この研究は、先端表面化学分析グループの申請者担当部分でもある。

2. 研究成果

分析ステーションとの協業により開発に成功し稼働している超軟X線分光系[1]は、Liに対する汎用状態分析装置としての実用化が重要な目的の一つであった。しかし、実験より、金属、金属間化合物では感度良い測定が可能であるが、酸化物等の絶縁物試料ではLi Kαの測定は大変困難かあるいは不可能であるという事が判明した。これに対して、いくつかの試料に対するクラスター計算によりKα発光強度の見積もり(図1)を行った。その結果と過去の関連報告を総合した結果、価電子帯と価電子帯近傍の内殻準位との間の双極子輻射緩和は、伝導電子の有無に大きく依存していることが推論された。すなわち、この場合に得られるX線の発光は、ほとんどが伝導電子の双極子輻射によるもので、その他の結合電子の寄与はほとんど期待できない。この成果は、第28回表面科学学術講演会(2008年11月、於東京)[2]、11th European Workshop on Modern Development and Applications in Microbeam Analysis (EMAS 2009: 2009年5月、於Gdansk) 他で発表した。

一方、分解能向上処理に関するソフトウェア開発は、作業を進めているものの、とりわけ報告に値する進展はなかった。

3. 今後の方針

実空間畳み込み演算(Jansson法の応用)については限界が見えつつあるので、別の方針を模索する。また、理論解析では、引き続き超軟X線スペクトルとXPSを中心に基礎的な現象を取り上げて進める。

参考文献

[1]S. Fukushima, T. Kimura, T. Ogiwara, K. Tsukamoto, T. Tazawa, S. Tanuma, *Microchim. Acta* **161** 399 (2007)
 [2]福島整, 荻原俊弥, 木村隆, 田沼繁夫, *表面科学* **30**, (2009) 印刷中

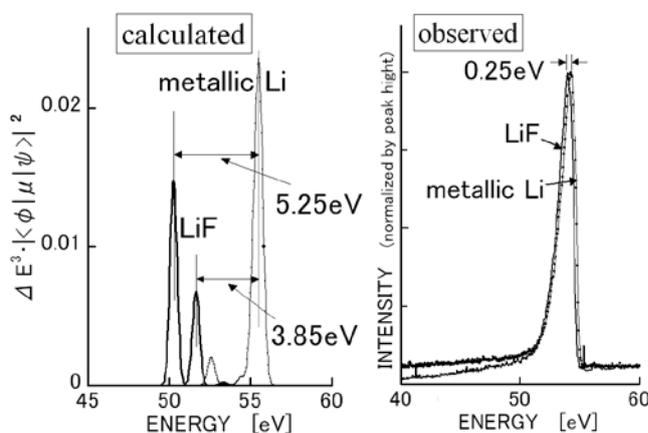


図1 検討結果の例。実測した金属LiとLiFのLi Kα(右)と、クラスター計算によるそれぞれのKαに対する遷移エネルギー及び強度(遷移確率振幅の大きさ:左)。この結果から、右のLiFの測定結果はダメージを受け還元されたLiによるもので、真のLiF起因ではないことがわかる。

散布図分析を応用した画像計測の精度向上に関する研究

先端表面化学分析グループ 木村 隆

1. 背景・目的

EPMA や AES で収集した元素マッピングデータ解析方法として、元素間の相関を解析する散布図分析の手法を提案しその応用方法を紹介してきた。この手法を応用することで反射電子像や元素マッピング像では存在を確認できないような微細析出物の抽出や、従来の定量分析では組成の決定が困難な微細析出物の混合状態を解析できることを明らかにしてきた。[1], [2]

本年度の研究では ZAF 補正が困難な超軽元素である B (ボロン) を含む組織の組成と分布状態を抽出する方法を検討した。

2. 研究成果

ZrB系セラミックスの酸化挙動の解析に散布図分析を応用した。酸化特性の改善を目的としてSiCやMoSiを添加したセラミックスを 1500°Cで 10hr.の酸化処理を行った。EPMAで収集したX線画像データを図 1 に、B と Zr および B と Mo の散布図を図 2 に示す。散布図中に示した丸印はZrBおよびMoB系の化合物の相関を示し、円の大きさはX線信号量のばらつきの 2σ の範囲を表す。青は標準試料に純金属を用いた結果であり、赤○はZrB₂を標準試料とした結果である。この結果から、超軽元素を含む化合物の同定には標準試料を適切に選定することで可能あることが分かる。図 3 に散布図解析の結果から作成した化合物の分布図を示す。試料表面から酸化物や硼化物が層状に生成している様子が観察される。

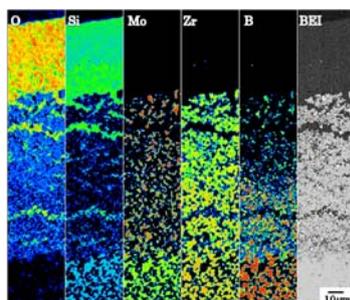


図 1 試料断面の面分析結果
上端が試料表面

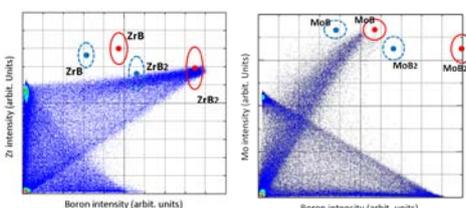


図 2 面分析データから作成した散布図例
左 : B-Zr, 右 : B-Mo

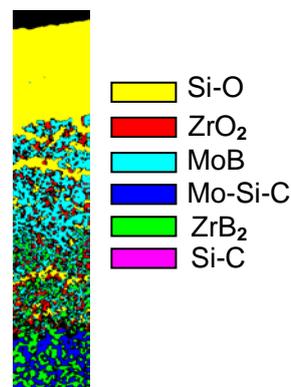


図 3 散布図解析の結果同定した化合物の分布を示す

3. 今後の方針

EPMA や AES で収集した面分析データを散布図上で解析することで材料組織の高精度迅速解析が可能であることを明らかにしてきた。今後は、より微細な組織評価を目指し、特に試料内部に不均一に分布する微細化合物の解析を目的としたソフトウェアの開発を目指す。

参考文献

- [1] 木村隆, 杉崎敬, 青柳岳史, 14th Symposium on “Microjoining and Assembly Technology In Electronics”, Mate 2008, 45-48(2008)
- [2] 木村隆, 杉崎敬, 西田憲二, 石川信博, 田沼繁夫, 日本金属学会誌, 68, 1, 8-13(2004)

光誘起励起状態のイメージング

先端表面化学分析グループ 吉川 英樹

1. 背景・目的

光照射による励起状態（例えばelectron-hole pair生成や電子放出現象）のダイナミクスに関する研究は、TiO₂における光触媒反応、強誘電PZTにおける光誘起分極現象などと言った実用デバイス開発につながる重要な基礎研究分野である。以上のことは可視光や紫外光の照射による研究が一般的に認知されているが、より短波長の光であるX線を照射した場合の照射効果は、試料内の深部への効果や（X線のエネルギーを選ぶ事による）元素選択性をもっており、従来一般に知られている光照射効果とは異なる新たな機能が期待される。一方でX線照射効果の理解は、「化学結合状態の3次元断層像を可能にする光電子顕微鏡」などの解析面への展開も期待できる。以上の背景の元、本研究はナノ構造物質の3次元のX線照射効果をシミュレーション並びに実験によって定量的に理解することを目的としている。

2. 研究成果

本研究の目的の一つである3次元像解析にとって、深さ方向の断層解析の定量性の確保がブレークスルーすべき課題である。これは、断層解析の際の最重要の物理パラメーターである「光電子の脱出深さ関数」が、固体内での非弾性散乱過程、弾性散乱過程、表面励起効果等の様々な影響を受けるため、正確に求めることが困難なためである。そこで、まずは「光電子の脱出深さ」を正確に求めるためのシミュレーションコードの開発を行った。近年 SPring-8 の高輝度硬X線を使った 10nm を越える断層解析が光電子分光によって行われていることを背景にして、硬X線励起の光電子についての脱出深さを正確に求めるための Monte Carlo 計算を行った。この計算の精度評価として行った角度分解光電子スペクトルの解析により、光電子発生時の角度分布の形成メカニズムとして双極子遷移のみならず多極子遷移を含むことを定量的に明らかにした。また、光誘起励起状態の一つである表面プラズモンの角度依存性についても定量的評価した[1]。上記とは異なる研究テーマの一つとして、表面プラズモン現象に関して、core-shell 構造を持つ Ag(core)-polydiacetylene(shell) ナノ粒子について、shell 部の acetylene モノマーが紫外線照射で重合するに伴い Ag core の表面プラズモンが（プラズマ振動数が変化しないままで）消失するという不思議な現象を実験的に追求した。SPring-8 NIMS ビームラインを使った Auger 電子収量による X線吸収スペクトル解析および硬X線光電子分光解析により、直径 10-20nm の Ag コアが金属状態を常に保っているものの数 nm 以下の極小ナノ粒子の集合体であることが分かり、表面プラズモンの集団励起が数 nm のサイズと言う空間的な制限を受けて不安定化していることを指摘した[2]

3. 今後の方針

対象物質がナノ薄膜およびナノ粒子になった場合、光電子の平均自由行程が試料の内部構造のサイズと同程度になってしまうため、固体内を走行する電子の軌跡を Monte Carlo 計算する際に膨大な数の境界条件処理を行う必要があり計算速度が極端に遅くなってしまう問題を生じることが分かった。そこで計算時間の短縮を目指した Monte Carlo 高速化アルゴリズムの開発を目指す。

参考文献

[1] H.Yoshikawa et al., J. Surf. Analysis. 15 (2009) 254-258

[2] H.Yoshikawa et al., e-J. Surf. Sci. Nanotech. 7 (2009) 1-4

カーボン系材料の超高速振動分光

超高速現象計測グループ 石岡 邦江

1. 背景・目的

最近の物質科学やナノテクノロジーの発展にともない、カーボンナノチューブや超伝導ダイヤモンドなど新たなカーボン材料が注目を集めている。これらの材料を電子デバイスや光デバイスとして応用するためには、カーボン系物質における電子格子の基本的な特性、なかんずく超高速光応答を明らかにすることが不可欠である。本研究ではグラファイト、ダイヤモンド等のカーボン系材料の電子・フォノン相互作用の超高速ダイナミクスを実験的に検証することを目的として、フェムト秒パルスレーザーを光源とした高精度ポンプ・プローブ測定装置の開発を行う。

2. 研究成果

平成20年度は単層カーボンナノチューブ (SWNT) についてポンプ・プローブ測定を行い、47THz の G モード (チューブの接戦方向の炭素原子振動) と 10THz 以下の Radial Breathing Mode (RBM) の時間分解観測に成功した (図1)。さらに G モードの振幅 (ピーク強度) がグラファイトの G モードと異なるポンプ偏光依存性を示すことを見いだした (図2)。この結果は、SWNT の G モードには等方的および異方的成分がほぼ等しく寄与していることを示している。

3. 今後の方針

平成21年度はグラフェンおよび窒化ガリウムについてフェムト秒パルスレーザーを光源とした高精度ポンプ・プローブ反射率測定を行う。

参考文献

[1] K. Kato, K. Ishioka, M. Kitajima, J. Tang, R. Saito and H. Petek, Nano Lett. 8 3102 (2008).

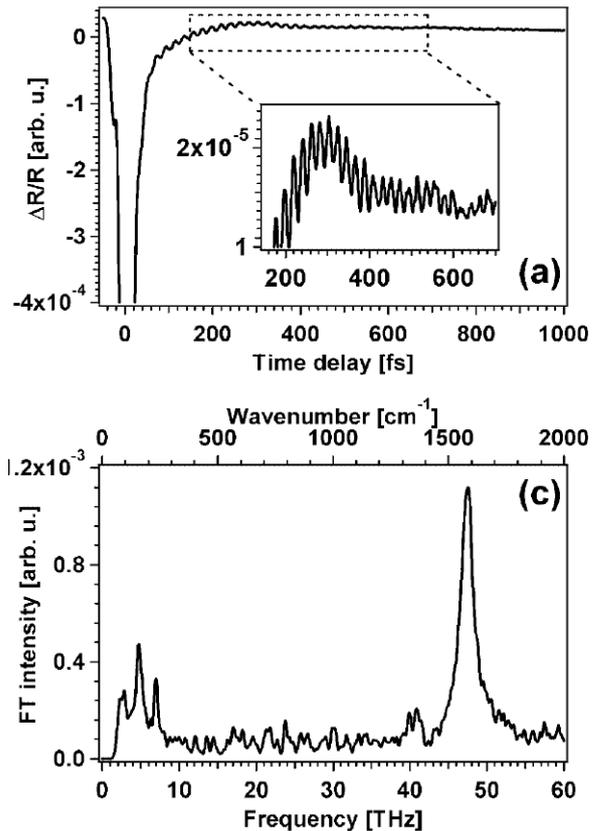


図1 (a)SWNTの過渡反射率および(c)そのフーリエ変換パワースペクトル。47THz および 10THz 以下のピークはそれぞれ G モードと RBM に起因する。

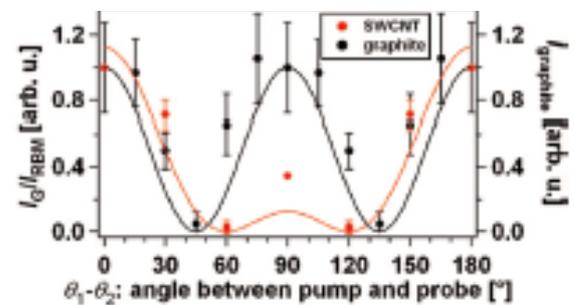


図2. SWNT およびグラファイトの G モード強度のポンプ偏光依存性の比較。

電子線照射による新規構造創製に関する研究

先端電子顕微鏡グループ 松井 良夫

1. 背景・目的

筆者はこれまで、いくつかの酸化物に電顕内部で電子線を照射して、面欠陥の生成[1]、金属ナノ微粒子の生成[2]などの現象を発見した。平成 20 年度の個人萌芽研究では研究対象を、CMR 磁性材料としてその将来性が期待されているマンガン系酸化物に絞り、特に極低温構造（電荷軌道整列構造等）における電子線照射の影響に着目して研究を行った。

2. 研究成果

マンガン酸化物はホール濃度により、マンガンの平均価数が増減し、またこれに伴って電子軌道状態やスピン状態も複雑に変化する。こうした変化はナノサイズのココロ形成を伴って生じることが多いため、電子顕微鏡によるナノ解析が極めて有効である。今回は Yu (NIMS ポスドク研究員) 等と共同で、 $\text{Sm}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.55, 0.6$) における、電荷軌道整列によるナノドメインと、磁区構造の観察を行った[3]。図 1 は 80K での 0.55 試料のナノドメインの生成を、また図 2 は 0.6 試料の 5K での磁区構造の生成を示す。

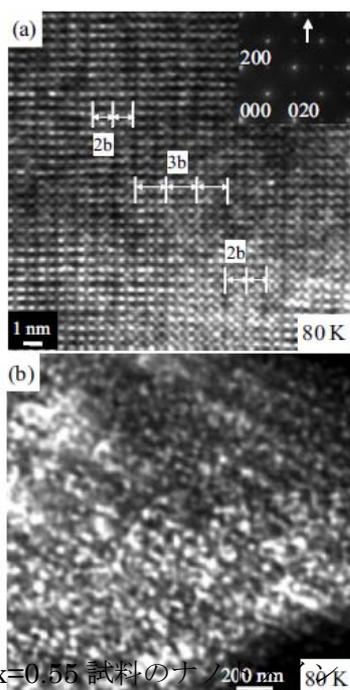


図 1 $x=0.55$ 試料のナノドメインの生成 (80K)

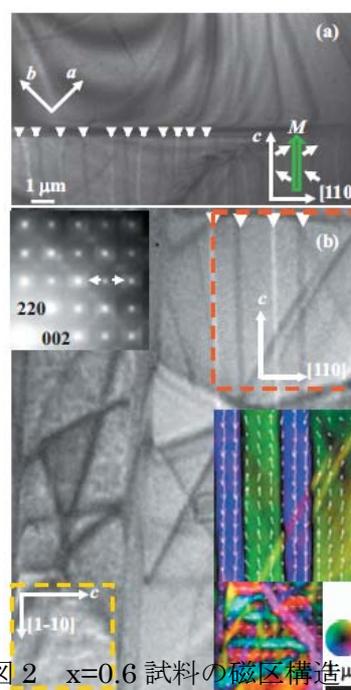


図 2 $x=0.6$ 試料の磁区構造の生成 (5K)

3. 今後の方針

平成 20 年度は、極低温構造（電荷軌道整列構造や磁区構造）の観察に成功したが、当初目標である「電子線照射により低温構造がどのような変化を被るか」までは、明確にとらえることができずに終わった。このため、平成 21 年度は、引き続きローレンツ電顕等による、極低温での電子線照射の実験を継続する予定である。

参考文献

- [1] Y. Matsui and S. Horiuchi, Acta Cryst. A 37, 51-61 (1981)
- [2] 松井良夫, NIMS ナノ計測センター・平成 19 年度研究成果報告書 p.54 (2008)
- [3] X.Z. Yu, Y. Matsui et al., Appl. Phys. Lett. 94, 082509 (2009)

デバイス動作条件時における AlGaIn/GaN 二次元電子ガスの電子線ホログラフイーその場観察

先端電子顕微鏡グループ 竹口 雅樹

1. 背景・目的

GaN系窒化物半導体は強い自発分極係数と圧電分極係数を持つ。そのためGaN上にエピタキシャル成長したAlGaIn膜は強い内部電界を生じ、ヘテロ界面において $10^{13}/\text{cm}^2$ オーダーの極めて高濃度な二次元電子ガス(2DEG)を形成し、高移動度トランジスタ素子として注目を集めている。本研究課題では、デバイス構造を保ったままのAlGaIn/GaNにおいてデバイス動作条件のON/OFFにおける内部電界および二次元電子ガスの変化を電子線ホログラフイー観察し、絶縁膜/ゲート電極を通じた外部からの電界操作による最適な特性を実現するデバイス開発のための新しい評価技術の確立を目指している。

2. 研究成果

本研究は、電子線ホログラフイーを用いてヘテロ界面にナノメートルレベルで微量に存在する 2DEG の高精度な定量解析のためには精密な厚さ評価、組成揺らぎなどの効果の検討が極めて重要である。本研究では CMP 法において表面ダメージ層のない極めて均一な試料作製法を確立し、TEM 格子像と HAADF-STEM 法を組み合わせることによりヘテロ構造における GaN-AlGaIn 間の組成差を定量的に測定し[1]、この組成差による位相測定値のずれの補正法についての検討を行った[2]。図 1(a)に実験的に得られた位相プロファイル及び厚さプロファイルを示す。実際の厚さ分布はこの実験値を元にモデル化し、GaN の平均内部電位 V_0 を用いて位相分布の計算値を図 1(b)のように得た。この(a)(b)間の位相の差は内部電界と 2DEG によるものであるとして電荷密度分布を求めたものが図 2 である。界面から GaN 側 2nm 程度の場所に 2DEG が認められる。外部電界の印加によってこの 2DEG の変化を計測するため、TEM 試料ホルダー先端を改造し、3 端子電圧印加機構を組み込んだ。この基本動作テストとして EBID で作成したナノワイヤーを用いて I-V 特性測定による抵抗値計測を行い、3 端子電圧印加機構が首尾よく動作することを確認した。

3. 今後の方針

TEM 内にてこの 3 端子電圧印加試料ホルダーによってデバイス特性の再現性、とりわけ TEM および電子線ホログラフイーで観察する局所における I-V 特性を測定し、さらにゲート電極へ電圧を印加した時の内部電界の変化およびヘテロ界面直下の 2DEG の変化をとらえるとともに定量性の向上について研究する。

参考文献

- [1] H. Okuno, M. Takeguchi, K. Mitsuishi, X. Guo, Y. Irokawa, Y. Sakuma and K. Furuya, Surf. Interf. Analysis 40 (2008) 1660.
- [2] M. Takeguchi, H. Okuno, K. Mitsuishi, Y. Irokawa, Y. Sakuma, K. Furuya, AMTC Lett. 1 (2008) 66.

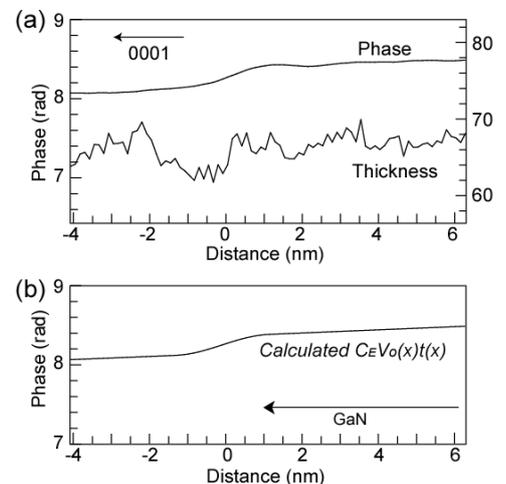


図 1. 得られた位相分布と平均内部電位のみを考慮した位相計算値プロファイル

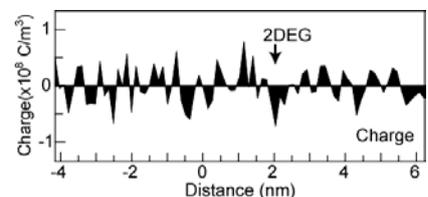


図 2. 電荷密度プロファイルの例

1. 背景・目的

優れた物質材料を研究開発する上で、極微小領域の結晶構造解析は必要不可欠である。最先端の透過電子顕微鏡により結晶構造を直接観察することは可能であるが、従来広く用いられていた高分解能電子顕微鏡法では、動力学的電子回折や電子光学条件のわずかな違いによるコントラストの反転などが問題になっていた。最近注目されている走査透過電子顕微鏡法 (Scanning Transmission Electron Microscopy; STEM) における環状暗視野 (Annular Dark-Field; ADF) 像観察では、コントラストの反転などが無く、直視的な解釈が可能とされている。しかし ADF 像観察に用いる広角散乱電子強度が弱いため、構造解析には十分には利用されていない。本萌芽研究では、ADF 像を用いた結晶構造解析のための要素技術を検討した。

2. 研究成果

実効的な空間分解能を制限している試料ドリフトなど、装置の安定度に関する技術的課題の解決をかけた。既設 STEM 装置の室温変動は計測したところ 5 時間で 2°C 程度とわずかであったが、試料ドリフトは発生していた。温度変化によるドリフトを押さえるため、STEM 装置周辺に簡易型の仕切りを既に設置しているが、室温変動は外気温等によって変化するため今後の長期的なモニターが必要である。定量的なドリフト計測のため、DigitalMicrograph (Gatan, Inc.) のスクリプトによるプログラムを作成・改良して、STEM 像観察時に同時に計測できるようなシステムに改良した。このプログラムは今後、新たな電子顕微鏡を用いて研究する際にも使えるものであり、NIMS における電顕手法の基盤要素技術となるものである。

さらに動力学的電子回折シミュレーションに基づいて、ADF 像強度の定量性に関し検討を試みた。定量的にシミュレーションを解析した結果、膜厚の変化により、結晶構造直視性が必ずしも満たされない事例があることが分かった。第一近似として、装置関数と物体関数とのコンボリューションで表されるのが、ADF 像の特徴であるが、複雑な結晶構造や投影した原子配列において近接する原子がある場合、原子コラムの強度と ADF 像の強度との関係が、必ずしも原子番号の定数乗とはならない。これらは入射電子の伝搬によって解釈できると考えられる。図 1 に透過電子の伝搬シミュレーションの一例を示す。 β - Si_3N_4 中の 2 種類の N 原子位置入射させた電子の伝搬を計算した。入射する電子の位置によって透過電子の伝搬は複雑に変化し、例えば隣接する原子コラム間を蛇行するような伝搬を起こす例などもある。図 1 (a) は β - Si_3N_4 の結晶構造を示し、N(1) と N(2) の位置が示されている。N(1) と N(2) の間隔は 0.26 nm、N(1) と N(2) の間隔は 0.52 nm である。

3. 今後の方針

STEM-ADF 像による結晶構造解析の確立のため、さらに SN (Signal to Noise) 比の向上をはかるとともに、低濃度添加原子の検出下限の向上をはかる。

参考文献

[1] K. Kimoto, R. -J. Xie, Y. Matsui, K. Ishizuka, and N. Hirosaki, "Direct observation of single dopant atom in light-emitting phosphor of β -SiAlON:Eu²⁺", Appl. Phys. Lett., vol. 94, pp. 041908 (3 pages), (2009).

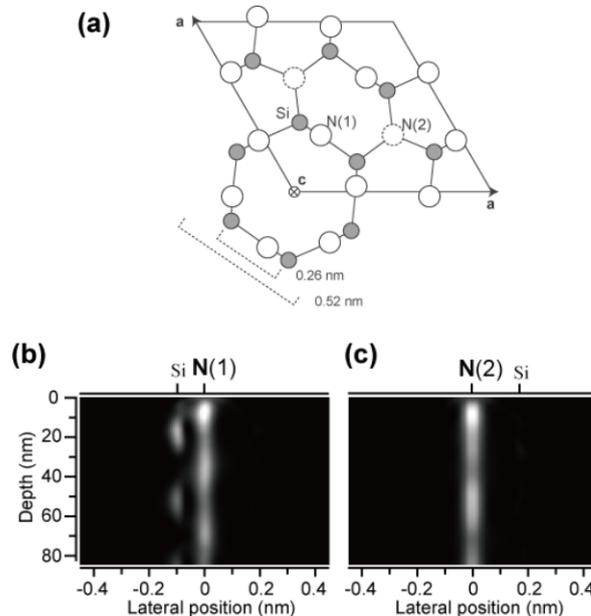


図 1 β - Si_3N_4 中に伝搬する電子 (計算)。(a) 結晶構造、(b), (c) 二つの N 原子コラムに入射させた場合の電子の伝搬の様子。

イオン注入による酸化物粒界近傍生成する析出物の分布・構造の3次元観察

先端電子顕微鏡グループ 長谷川 明

1. 背景・目的

結晶欠陥及び不純物元素と結晶粒界との相互作用は材料の機械的、化学的な性質に影響する主要素の一つである。特に酸化物や、セラミックス等材料において不純物と粒界の相互作用について基礎研究がまた不十分である。また、一定な結晶粒界に相応して不純物或いは析出物が特殊的に分布することも考えられるが、観察された例が殆どない。本研究はNIMSに設置されているイオン照射損傷その場評価装置を用いて、酸化物やセラミックス試料にイオン照射・注入をし、生成された欠陥集合体及び注入された不純物の粒界近傍の挙動・粒界構造への影響、特に粒界近傍の3次元的な分布・構造を調べる。

2. 研究成果

当グループに設置されているイオン照射損傷その場評価装置（JEM-ARM1000-HVTEM）用の3次元観察試料ホルダーの開発に参画し、金属などの材料に分散したナノ粒子形状・分布の3次元観察に試みた。初歩な結果が得た（Fig. 1）。酸化物・セラミックスの粒界にナノ析出物の3次元分布の解析は現在進行中である。

FIB、そしてArイオンミリングで直径約100 nmの棒状Al試料を製作した。その試料に50 keV Xeを最大 4.5×10^{15} ions cm^{-2} を注入した。その試料に対し、回転ステップ2度で-90度~90度の連続TEM明視野像を撮った。それらの連続像をアライメントし、tomogramに再構成した。図2には再構成で得られたtomogramのX, Y, Z軸にそれぞれ平行の方向から観察する断層像の例を示す。A方向（図2(a)）から 4.5×10^{15} ions cm^{-2} 、B方向から 1.5×10^{15} ions cm^{-2} Xeイオンを注入した。

3つの断層像から粒子の分布が完全に観察でき、角度情報の欠落が殆どないことが確認できる。~1 nmの粒子が見える。お互い間隔約1.4 nmの粒子の区別ができる。これらの結果に基づいて、Xe粒子の3D分布を定性的、及び定量的に解析することが可能である。

3. 今後の方針

酸化物、セラミックス等材料の粒界の析出分布を定量解析に進む。

参考文献

- [1] M. Song, H. Matsumoto, M. Shimojo, and K. Furuya, The 14th European Microscopy Congress, 1-5 Sep. 2008, Aachen, Germany, Proceedings Vol. 1, 323-324.
- [2] Song, H. Matsumoto, M. Shimojo, M. Takeguchi, K. Mitsuishi, and K. Furuya, The 9th Asia-Pacific Microscopy Congress (APMC9), Nov. 2-7, 2008, Jeju, Korea, Proceedings pp.229-230.
- [3] Song, H. Matsumoto, M. Shimojo, K. Furuya, and H. Sano, The 9th Asia-Pacific Microscopy Congress (APMC9), Nov. 2-7, 2008, Jeju, Korea, Proceedings pp.272-273.

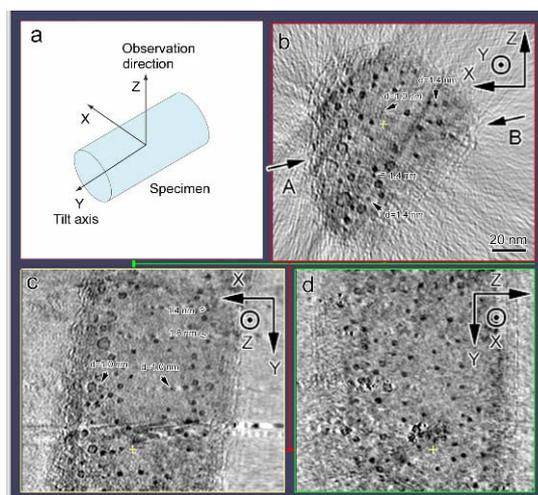


Fig. 2 The cross section views of the tomogram. Xe is implanted a rod-shaped Al sample to 4.5×10^{19} ions m^{-2} and 1.5×10^{19} ions m^{-2} in A and B directions, respectively.

化学反応その場観察用試料作製技術の開発

先端電子顕微鏡グループ 石川 信博

1. 背景・目的

固体同士の反応をTEM内で解析しようとするすると複数の物質が接触する界面を作らなければならない。この接触がネックとなり、試料が簡単に用意できないものが多かった。筆者らはこれを可能にする方法の開発を進め、炭素蒸着を利用して炭素と酸化鉄の接触界面を作り、この両者の界面における高温下での反応をTEM内でその場観察することを可能にした^[1]。この反応は高炉製鉄法における基本反応のひとつであり、この観察を可能にした結果、成分の組み合わせ条件を変えて種々のケースにおける反応性を比較し、より実用条件に近いサンプルでの実現可能性を調べる必要が生じた。そこで20年度は酸化鉄の一種であるウスタイトの酸素と鉄の組成比を変えても同じ方法が適用できるかどうか確認した。

2. 研究成果

ウスタイトは化学式ではFeOであるが、通常若干の鉄欠損が存在する。この組成比を、Fe::O=0.935:1、とFe:O=0.94:1とわずかに異なる試料を用意し、高温下での反応を解析した。その結果、両者ともTEM像での反応形態は酷似していたが、その発生温度が大きく異なっていた。すなわち鉄欠損がわずか5%ほど上がっただけで反応温度は200°Cも下がってしまい、ウスタイトが安定的に存在する温度域を下回って反応がおきてしまった。下図はFe:O=0.94:1で調整した試料を500°Cに保持し、時間経過を示したものである。

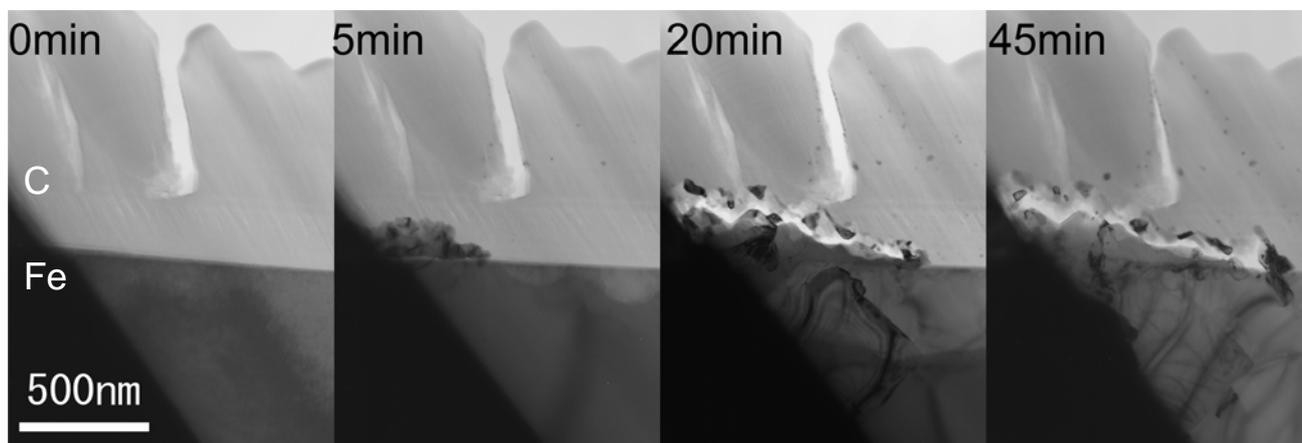


図. Fe:O=0.94:1としたウスタイトの500°Cに保持したときの炭素との反応

3. 今後の方針

以上のように鉄と酸素の組成比をごくわずかに変えただけでも反応形態は大きく異なることを見いだしたので、より精密な試料作製条件を構築して、この原因を解明していく。また結晶性炭素の利用などより実用条件に近い試料での作成条件を確立する。

参考文献

[1] 石川信博、古屋一夫、青柳岳史、光岡那由多、稲見隆 鉄と鋼 **192**, 48(2006)

分析を併用した構造解析モデル構築

先端電子顕微鏡グループ 原 徹

1. 背景・目的

材料の組織の微細化・ナノ構造化が進むなか、ナノ領域の結晶構造や界面構造の高精度定量解析の要求が高まっている。透過型電子顕微鏡(TEM)は、実空間観察と逆空間の双方の観察を組み合わせるナノ領域の構造解析を実現してきたが、もう一つの重要な機能である分析は構造解析に有効に使われていない。これまで分析機能が構造解析に活用されてこなかったのは、空間分解能の不足だけでなく分析そのものの精度が低いためでもある。組成や元素の位置情報が正確に得られればさらに精度の高い構造解析を容易に行うことが可能となる。これまでの研究で、原子コラムレベルの高い空間分解能を持つ HAADF-STEM(Z-contrast)法と、現行の EDS 法による原子コラムマッピングなどを併用することにより、Ti-Pt や Ti-Pd などの二元系合金の積層構造を TEM によって解析を行う手法を検討してきた。しかし従来の分析方法では多元素から構成される試料への適用が困難なので、平成 20 年度はより高精度の分析手法の検討を開始した。具体的には、TEM における EDS 分析の精度を、分解能および統計的精度の両面から高めるために、シリコンドリフト型検出器とマイクロカロリメータ型検出器（文科省委託研究において実施）による EDS 組成分析を試みた。高精度の分析を取り入れることができれば、例えば X 線回折による平均構造解析における構造モデルの作成もより簡便で正確なものとなる。

2. 研究成果

従来の Si(Li)型半導体検出器は、検出器内に入射した X 線のエネルギーを分析するための処理時間が長いため計数率が確保できず、取得したスペクトルの統計精度が悪いという欠点があった。さらに、計数率を上げようとするエネルギー分解能が悪化する。高計数率が実現でき、さらにエネルギー分解能が変化しない検出素子として注目されているシリコンドリフト型検出器を試験的に TEM に取り付け、性能評価を行った。用いた検出器は、Amptek 製 X-123SDD で、TEM や SEM 用として開発されたものではない汎用型である。検出器取付位置や X 線の取得方法などを最適化した結果、図 1 のように、従来型検出器とほぼ同等のエネルギー分解能（ピーク幅）を保持しつつ 10 倍以上の計数率で測定を行うことが可能になった。このことは、従来と同程度の時間でより統計精度の高いスペクトルの取得が可能であるか、または従来と同程度の質のスペクトルを 1/10 の測定時間で取得できることを示している。

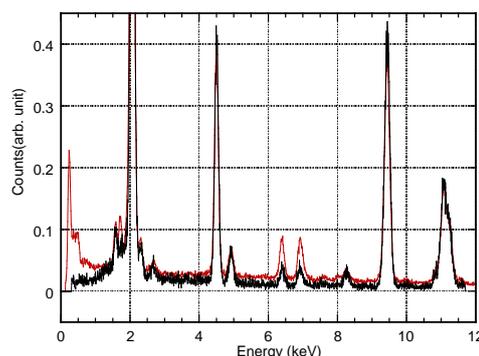


図 1. Si(Li)半導体検出器(図中赤)とシリコンドリフト型検出器(図中黒)のスペクトル形状比較の例。形状に殆ど差は無い。低エネルギー側での差は X 線窓材の違いによる。試料は TiPt。

3. 今後の方針

これまでには計数率を上げられないことが主な制限となり、高画素数の TEM-EDS による元素分布マップの取得はこれまで困難であった。そこで、今回の結果をもとに、マップの取得が可能なシリコンドリフト型検出器を導入し、これまでより一桁高い計数率で EDS による元素分布マップを取得できるような装置を構成する。別に開発中の、エネルギー分解能が高いマイクロカロリメータ型 EDS と組み合わせることによって、高計数率と高エネルギー分解能を両立した TEM の EDS 分析システムを構築する。

固体NMR用小型高性能MAS装置の開発

強磁場NMRグループ 清水禎

1. 背景・目的

固体高分解能NMRでは、試料を磁場に対して一定の傾きをもった軸上で高速回転（MAS）させる必要があるが、市販のMAS装置（直径50mmの円筒空間に入る設計）ではハイブリット磁石等の強磁場磁石の小さな試料空間（ $\phi 32\text{mm}$ ）には寸法的に入らない。最先端の強磁場磁石ほど試料空間が狭いので、固体高分解能NMRは、これらの磁石を利用することができない。しかし、強磁場磁石の真価が発揮できるのは固体高分解能NMRの分野であると考えられるので、狭い空間でも測定が可能になるような小型のMAS装置の開発が待たれている。本研究の目的は、上述の課題の解決へ向けて、固体NMR用小型高性能MAS装置を試作することである。研究開発の技術要素は、小型MASハウジング、小口径試料管、試料回転機構の開発などからなる。試料管はセラミック製の試料を入れるための容器部分、および、樹脂製の回転タービンと蓋を兼ねた部分とからなる。樹脂製の部分については、新規に設計を行い、NIMSにおいて試作する。

2. 研究成果

MAS試料管の樹脂製のタービン翼および蓋について、新規設計および試作を行った（図1）。翼の形状は、加工上の困難を避けるため曲線加工は使用せず、通常の機械による直線状の加工工程の組み合わせで加工できるように工夫されている。各種の翼形状および翼面積について試作を行い、4mm試料管において20kHzの回転速度まで動作するPEEK樹脂製のタービン翼を開発することに成功した。開発したタービン翼は、加工の容易さに特徴があり、小口径MAS試料管ばかりでなく、高温へと温度の変換範囲を広げることのできるセラミクス製のタービン翼の作成にも応用することができ、期待がもたれる。



3. 今後の方針

関連技術として、固体試料管MAS測定の対象を液状試料へと拡張できる気密性のある試料管の試作に成功した[1-2]。これらの技術を組み合わせることを含め、固体NMR測定の手続き範囲を広げるべく、関連技術の開発を進めて行く方針である。



参考文献

- [1] 品川秀行、清水禎、大木忍、藤戸輝昭、特願 2008-191549
- [2] 品川秀行、清水禎、大木忍、特願 2008-319383

図1. 開発したMAS試料管

半導体における核スピンの秩序状態に関する研究

強磁場 NMR グループ 後藤 敦

1. 背景・目的

固体中の原子核スピン系は熱平衡状態では常磁性状態にありますが、非平衡超偏極状態では特徴的な核スピン間相互作用により秩序状態が発生する可能性があります。例えば、代表的な化合物半導体であるインジウムリン (InP) の超偏極状態では、通常二重共鳴で起こる異種核間の偏極移動が単一周波数共鳴で起こることが報告されており[1]、超偏極核スピン系に特徴的な核スピン間相互作用、及びそれに起因する秩序状態の存在を示唆していると考えられています。本研究では、超偏極状態における核スピン間相互作用を光ポンピング二重共鳴法により研究することで、この秩序状態の本質に迫ります。

2. 研究成果

本年は、以下の2つのシステム (装置および制御系) の開発を行いました。

(1) GaAs 用光ポンピング二重共鳴システムの開発

これまでに開発したInP用の光ポンピング二重共鳴測定システム[2]を元に、GaAsに対応した測定システムを構築しました。具体的には、GaAsの励起波長に対応した光学系や ^{71}Ga , ^{75}As 等の共鳴周波数に対応したプローブ (図1) を設計・構築し、その基本性能を確認しました。

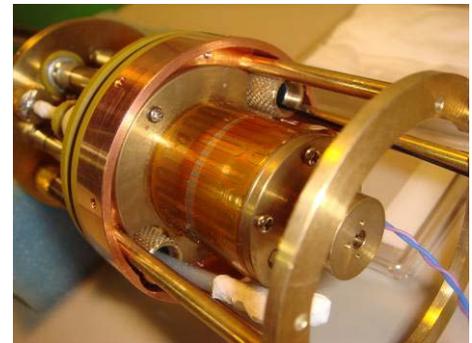


図1 GaAs 用光ポンピング二重共鳴プローブの先端部。

(2) 励起光変調システムの開発

励起光強度の高周波パルス変調を実現するため、EO(電気光学)素子をNMRシステムにより制御する「励起光変調システム」を構築しました (図2)。これにより、励起光強度とNMRパルスをNMR分光計上のパルスシーケンスにより一体的に制御することが可能となりました。



図2 EO素子を用いた励起光変調システム。

3. 今後の方針

GaAsにおける光ポンピング下での2重共鳴測定を行い、InPにおける結果と比較することにより、光ポンピングによって生成される超偏極状態の本質の解明を目指します。

参考文献

- [1] C. A. Michal and R. Tycko, Phys. Rev. Lett., **81**, 3988 (1998).
- [2] A. Goto, S. Ohki, K. Hashi and T. Shimizu, Rev. Sci. Instrum., **77**, 093904 (2006).

1. 背景・目的

NMRは本来、広い分野の物質に適用することが出来るはずであるが、実際には感度・分解能の制約から主に核スピン $I=1/2$ の双極子核に対してのみ適用されることが多い。 $I>1$ の四極子核に対しては四極子相互作用に由来する共鳴線幅が広く、従来の磁場では十分な感度と分解能を得ることが困難となっている。しかし、強磁場化によって線幅は先鋭化することができることが知られており、より高い磁場でのNMRが求められている。25 T以上の定常磁場を発生することができる磁石は限られており、NIMSが所有するハイブリッド磁石は世界的にみても数少ないうちの1つである。ハイブリッド磁石の磁場均一度と安定度は高分解能NMR測定を行なうには十分ではなかったが、これまでに磁場安定度を改善するために電源等インフラ設備が実施され、また、水冷銅磁石の構造を変えることにより均一度の改善が行なわれてきた[1]。本年はこれらの改造を行なったハイブリッド磁石を用いたNMR測定を行なうことによってこれらの改造がNMRスペクトルに与える効果を調べた[2]。

2. 研究成果

標準試料KBrの ^{79}Br 核をプローブとしたNMR測定によって、まず磁場均一度と安定度の評価を行った。その結果、磁場の均一度は改良前の186ppm/ $\pm 5\text{mm}$ から16ppm/ $\pm 5\text{mm}$ まで、およそ1.2倍改善されていることがわかった。また、磁場の揺らぎは改良前の30ppm_{rms}から3ppm_{rms}まで低減化されていることが分かった。このような磁場均一度・安定度の向上はNMRスペクトルの線幅の先鋭化として観測することが出来る。図に改良後のハイブリッド磁石を用いたKBrのシングルショットMAS-NMRスペクトルを示す。改良前に同一試料について測定した結果と比べて信号対雑音比(S/N)と線幅が格段に改善されていることが分かる。さらに中心ピークの裾にあるウィグルも小さくなり、線幅は約700Hz(2ppm)まで狭くすることが出来た。

3. 今後の方針

今後、固体高分解能の目安となる1ppm以下の分解能を実現するために磁場揺らぎ補正機や室温シムなどの開発により一層の磁場の安定化・均一度の向上を行なっていく予定である。

参考文献

- [1] G. Kido, S. Nimori, K. Hashi, M. Kosuge, H. Kudo, K. Suda, T. Miyoshi, K. Nakayama, and K. Takeshita: J. Phys.: Conf. Ser. **51** (2006) 580.
- [2] K. Hashi, T. Shimizu, T. Fujito, A. Goto, S. Ohki, T. Asano, and S. Nimori: Jpn. J. Appl. Phys. **48** (2009) 010220.

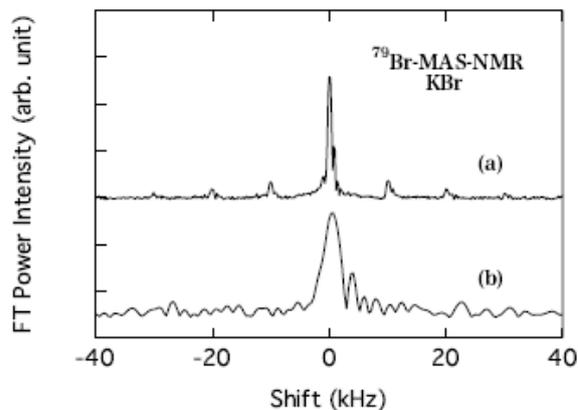


図 (a)改良後28 T, (b)改良前30 TにおけるKBrのシングルショットMAS-NMRスペクトル。