

# KEK-PF 真空紫外軟X線ビームライン BL13A の散乱光対策

田中 宏和<sup>\*1</sup>, 豊島 章雄<sup>\*1</sup>, 菊地 貴司<sup>\*1</sup>, 小澤 健一<sup>\*2</sup>, 間瀬 一彦<sup>\*1</sup>

<sup>\*1</sup>高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 放射光研究施設

<sup>\*2</sup>東京工業大学 理工学研究科 物質科学専攻

## 1. はじめに

光速近くまで加速した電子を磁場で曲げた時に出る放射光は、真空紫外光より短波長領域において高輝度な白色もしくは波長可変の準単色の光を出す特徴的な光源であり、放射光実験施設では、さまざまな利用が行われている。

高エネルギー加速器研究機構(KEK) 放射光科学研究施設には、蓄積された電子のエネルギーが 2.5GeV の KEK-PF と 6.5GeV の PF-AR があり、それぞれ複数のビームラインをもち、共同利用実験をはじめとした実験に供されている。

昨年、建設した KEK-PF の真空紫外軟X線ビームライン BL13A[1]は、有機薄膜研究の用途として設計されており、真空紫外光を選択的に取り出し、単色化する機能を備えている。その BL13A において、ユーザーから試料位置において設定波長以外の光が来ている、との報告があり、調査した結果、出射スリット手前のダクトの内壁からの散乱光が原因であることが分かった。その後、すぐに応急的な対策を行い、散乱光を試料位置に到達させない工夫を行った。現在、本格的な対策の準備を行っている。

本稿では、設定外の光の原因探査と応急的な対策および本格的な対策について報告する。

## 2. ビームラインの概要

BL13A は、電子が周期的な磁場により繰り返し曲げられた時に出る準単色の光を用いるアンジュレーターと呼ばれる挿入光源と、入射スリットレス可変偏角 Monk-Gillieson 型分光器が用いられており、光エネルギー 30eV ~ 1000eV の領域で単色化された明るい光を得ることができる[2]。光学素子の配置を図1に示した。その設計性能は、最高光エネルギー分解能 ( $E/\Delta E$ )が 30000~8000 であり(図2)、分解能 10000 のときの光強度(フォトンフラックス)が  $2 \times 10^{12} \sim 6 \times 10^{10}$  photons/s である (図3)[3]。

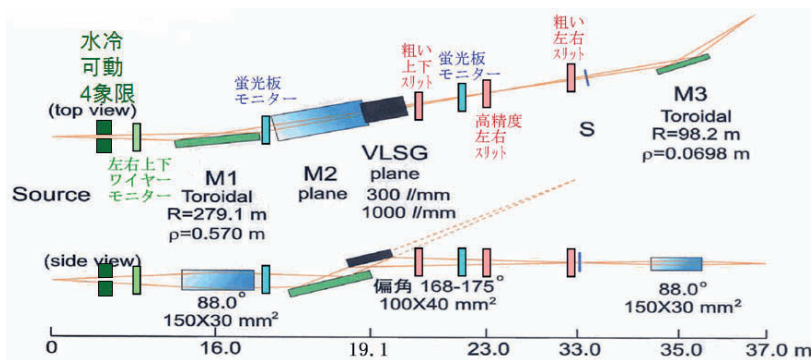


図1 分光器の光学素子構成

(VLSG は不等刻線間隔平面回折格子、M1 は前置鏡(集光鏡)、

M2 は平面鏡、M3 は後置鏡(集光鏡)、S は出射スリット)

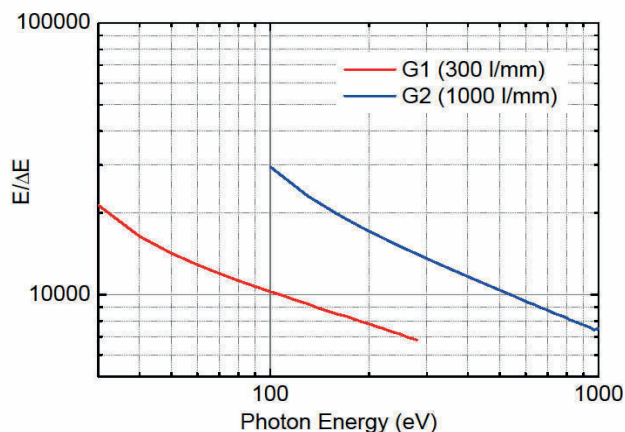


図2 予想される光エネルギー分解能

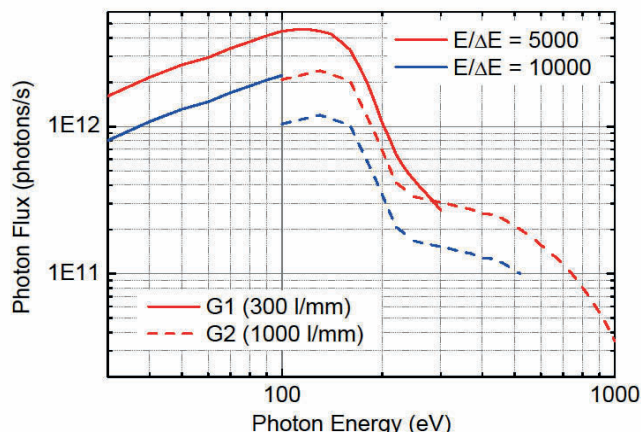


図3 フォトンフラックス

なお、アンジュレーターはアンジュレータースペクトルと呼ばれる光強度のエネルギー分布を持ち、それは、磁場の強さを調整することにより分布を変えることができる。磁場の強さを変えるには磁場を発生させているアンジュレーターギャップと呼ばれる磁石列の間隔を変更することにより行う。これにより、準単色光にも関わらず、広い領域で強い光を得ることができる。上記性能は、最適なアンジュレーターギャップを用いた時の光量である。

真空紫外光は、空気により、吸収や散乱され、きわめて短い距離で減衰する。また、光学反射面は真空紫外光照射時に空気があるとその一部の成分の分解により炭素等による汚れが発生する。そのため、ビームラインは全体に超高真空が保たれている。

ビームラインの配置は、図4のようになっており、光学素子やビームシャッター(BBS)は、それぞれ専用のチェンバーに入っている。チェンバーの間は、図5のように主にICF70の真空ダクトでつながれており、その内径は $\phi 35\text{mm}$ で、真空度を維持するため、電解研磨が施されている。



図4 BL13A ビームライン配置図

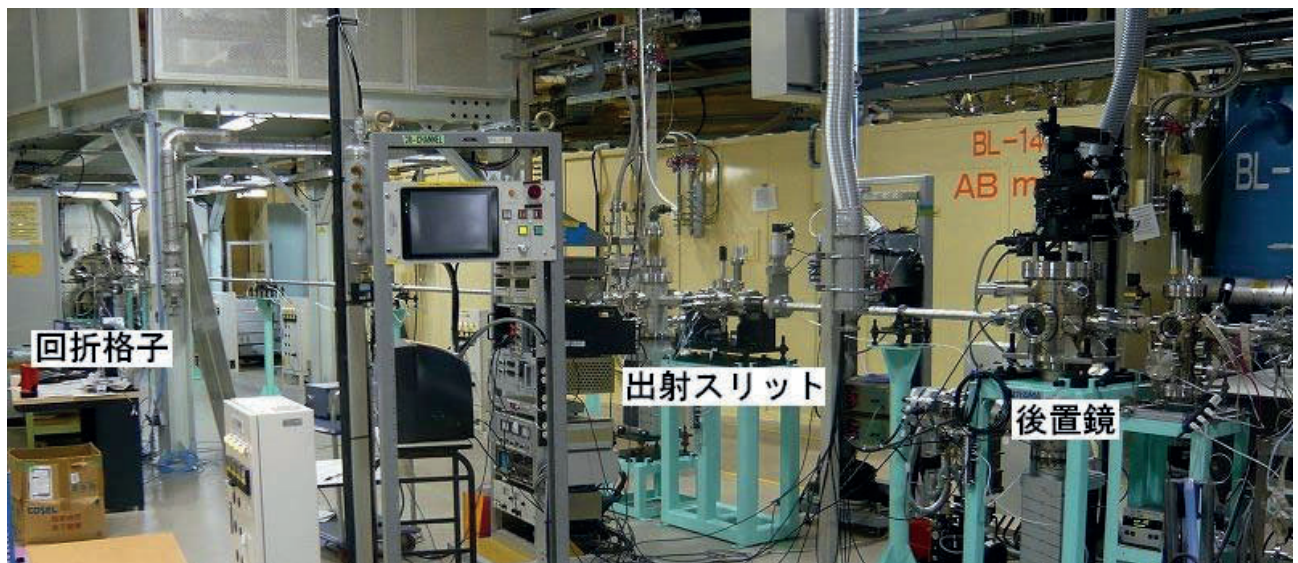


図5 BL13A 全景

### 3. 設定光以外の光の報告と原因追求

BL13Aの建設は主に2009年の夏に行われ、秋にビームライン調整を行った後、2010年1月よりユーザー実験が始まった。まもなく、同年2月より、本ビームラインで光電子分光装置SES200を使用している共著者の小澤氏から設定エネルギーが60eVの光を試料に当てて角度分解光電子スペクトル測定をした時に由来不明の構造が観測される旨の報告があった。その後、春季のビームタイムで試料や測定条件を変えて、測定を行った(図6)ところ、試料を変えてもビームラインの設定光以外の条件を変えても由来不明の構造が観測された。そのため、ビームラインから設定エネルギー以外の光が試料に導入されている可能性が高くなった。その場合、測定結果の妥当性に疑問が生じてしまい、意味のある実験が行えない可能性が出てきたため、夏期シャットダウン明けにビームライン調整のビームタイムを設定し、原因追求を行うこととなった。



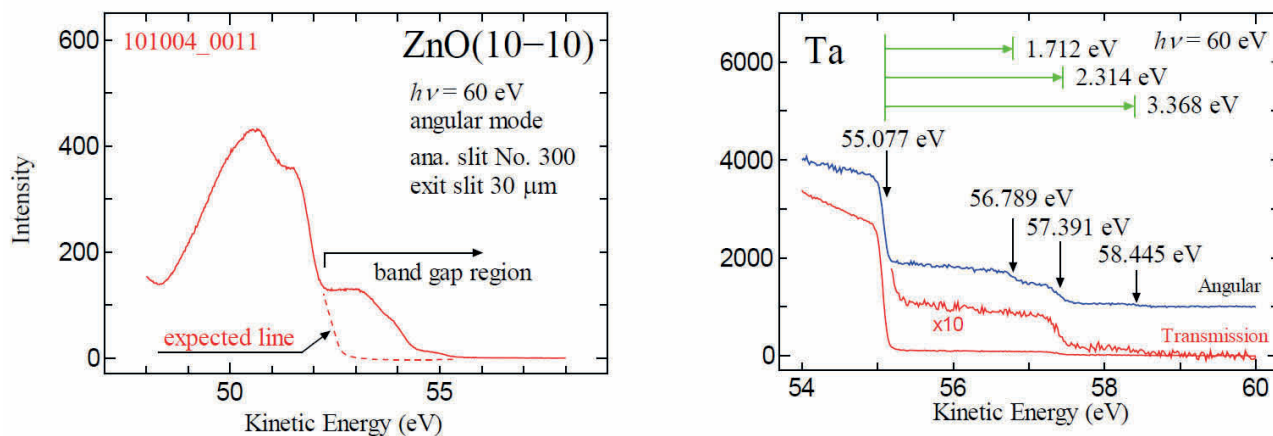


図6 設定外光の混入報告

(左グラフは単結晶 ZnO 表面の価電子帯スペクトル、右グラフが多結晶 Ta 板のフェルミ端近傍のスペクトル。ZnO スペクトルでは、52–55 eV に、Ta スペクトルでは 55 eV より高い運動エネルギー領域に設定外光により励起された構造が見られる)

### 3.1 光路規制

最初に、光路に規制をかけることにより、設定外の光を除去できないか試みた。具体的には、ビームライン最上流にある水冷可動四象限マスクと設計水平集光点にある高精度左右スリットを用いて、光路を規制した。結果の確認は、SES200 で ZnO の測定を行い、本来ないはずの裾がどのように変化するかを調べた。

まず、高精度左右スリットで規制すると、裾の高さが 30%ほど減ったが、不十分であった。また、高精度左右スリットの規制条件を変えると設定光が消え、設定外の光のみが試料に導入されることが分かった。(図 7)

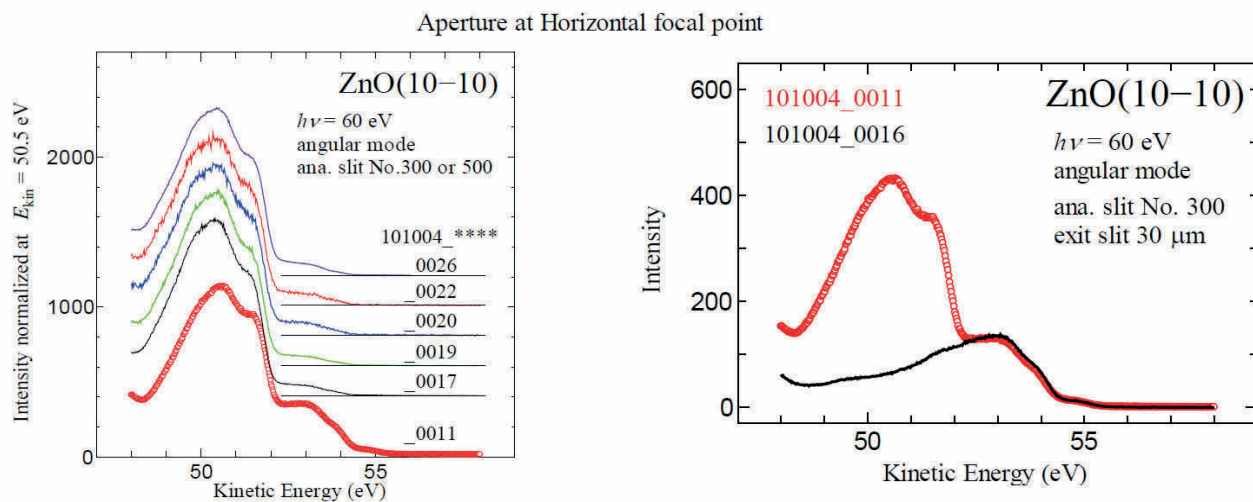


図7 高精度左右スリットによる設定外光の変化

(光路規制による ZnO 表面の価電子帯スペクトル変化。規制を行わない\_0011 では設定外光による励起構造が強く、規制を行うと強度が減少する (左グラフ)。規制条件によっては、設定外光のみの構造が観測される(右グラフ、\_0016))

次に高精度左右スリットで規制した状態で、水冷可動四象限マスクで規制すると、左右や下側の光を遮っても効果は無かったが、上側の光をある程度遮ると、少し裾の高さが下がるという結果を得たが、やはり不十分であり、より根本的な対策が必要とされた。

結果として、光精度左右スリットは不十分にしか除去ができないことから、設定外の光も、水平集光点はほぼ同一であることが分かった。

### 3.2 設定光以外の光の直接観測

次に、光電子分光装置を使わず、直接、設定外の光が観測できないかを調べた。

後置鏡に光が照射されると光量に応じて後置鏡から電流が取れるようになっており、精密左右スリットを設定外の光のみを出力する条件にして、後置鏡電流を用い、アンジュレーターギャップ 131.3 mm でアンジュレータースペクトルを測定した。また、設定光を主に出力し設定外の光をできるかぎり減らした条件でも同じアンジュレータースペクトルを測定した。その結果を図 8 および図 9 に示す。比較すると、図 8 の 170eV 付近のピークが図 9 にも小さく見えており、図 9 には元のスペクトルに図 8 のスペクトルが足されたものであることが推定できる。また、図 8 のスペクトルの横軸を少し伸ばし、縦軸を大きく伸ばしたものが図 9 の元のスペクトルであることも推測できる。よって、設定より高エネルギーの光が設定光に混入していて、その設定とのずれはおおむね比例的であると推測された。

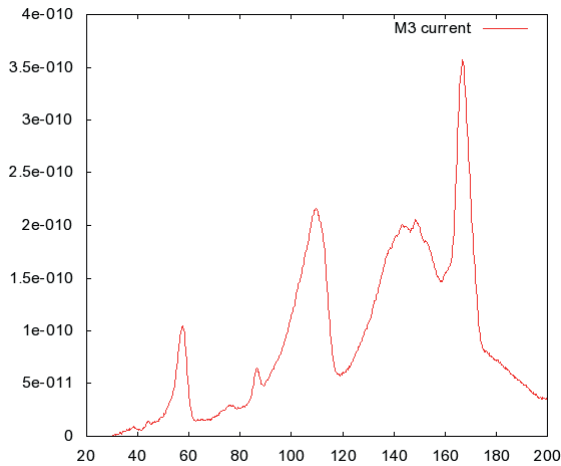


図 8 設定外光のみの条件

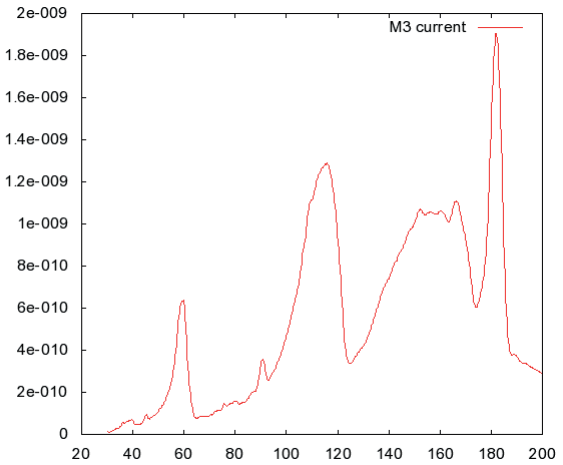


図 9 設定光を主とした条件

さらに高精度で測定するため、より分解能の高いガスの吸収スペクトルで観測することとした。

ガス分子に光を当てると発生したイオンを MCP で検出することにより吸収スペクトルを測定できるので、既知の吸収スペクトルが設定光とずれたところにも発生することを観測できれば、ビームラインから設定光とずれた光が出ていると確認できる。N<sub>2</sub> の吸収が 402eV にあることはよく知られているので、402eV 付近に本来無い吸収スペクトルが観測されるかを調べた。

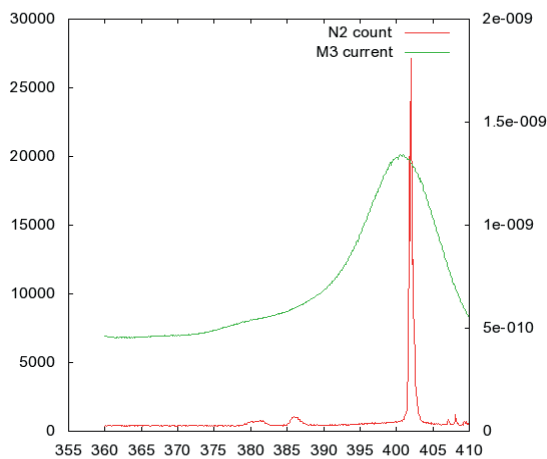


図 10 N<sub>2</sub> スペクトルによる設定外光の観測

(全体)

(緑：後置鏡電流、赤：イオン収量)

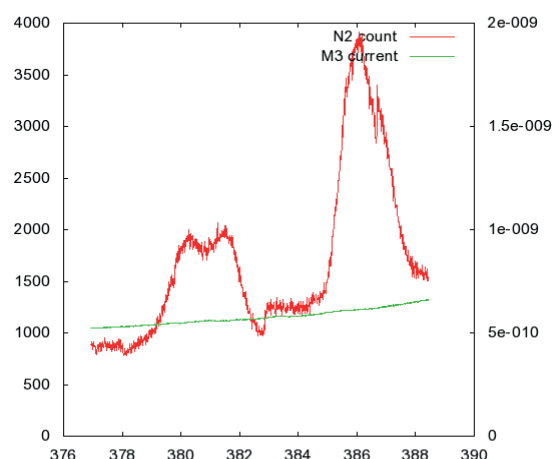


図 11 N<sub>2</sub> スペクトルによる設定外光の観測

(詳細：376eV～388eV)

(緑：後置鏡電流、赤：イオン収量)

設定外の光は、アンジュレーター光源スペクトルの観測により、360eV~400eV の設定光の範囲に 402eV の光が混じってくるのが予想された。そこで、360eV~410eV の範囲でスペクトルを取ると、380eV から 385eV 付近に小さい吸収が見られた(図 10)。そのエネルギー領域には、本来、N<sub>2</sub> の吸収はなく、また、真空度とガスの純度から異物混入が原因ではないと考えられたため、そこに 402eV の光が混じっているものと考えられた。そのため、その小さい吸収をよく調べるため 376eV~388eV を詳細にスキャンした(図 11)。

その結果、分解能の悪い 3 つのピークが観測され、それが N<sub>2</sub> の 402eV の吸収スペクトルと推測された。つまり、3 つの設定光以外の光が混入していると思われた。

さらに、N<sub>2</sub> ガスの圧力を変化させたところ、402eV 付近の吸収のピークの増減と同期して、385eV 付近の吸収のピークの増減が見られ、402eV の設定外の光による N<sub>2</sub> の吸収スペクトルが、エネルギー385eV 付近に見えていることが、確認された。

また、アンジュレーターギャップを調整し、小さい吸収のある 385eV 付近に光量のピークが来るようにアンジュレータースペクトルを調整し、N<sub>2</sub> の吸収スペクトルの測定を行った。すると図 12 のように、吸収のピークはかえって小さくなってしまった。そのため、アンジュレーターから発した光が設定外の光の光源であることが分かった。

そこで、われわれは、何らかの反射光が回折格子に入射しているものと考えた。このエネルギーのずれが回折格子の入射角に因っていると仮定すると 0.2° 弱の角度ずれが原因だと思われた(図 13)ので、0.2° 上方に何らかの反射体がないかを調査することとなった。

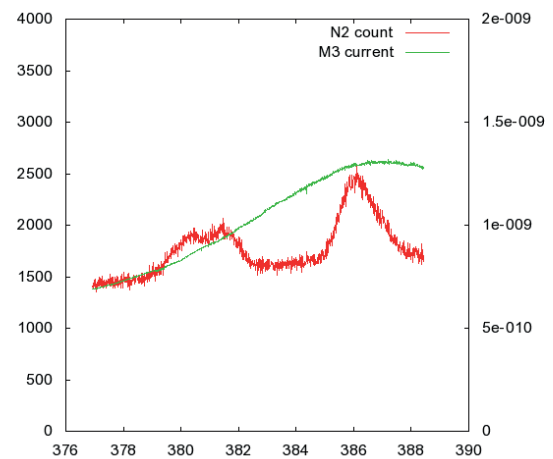


図 12 設定外光のみの条件  
(緑：後置鏡電流、赤：イオン収量)  
(図 11 と比べると山が小さい)

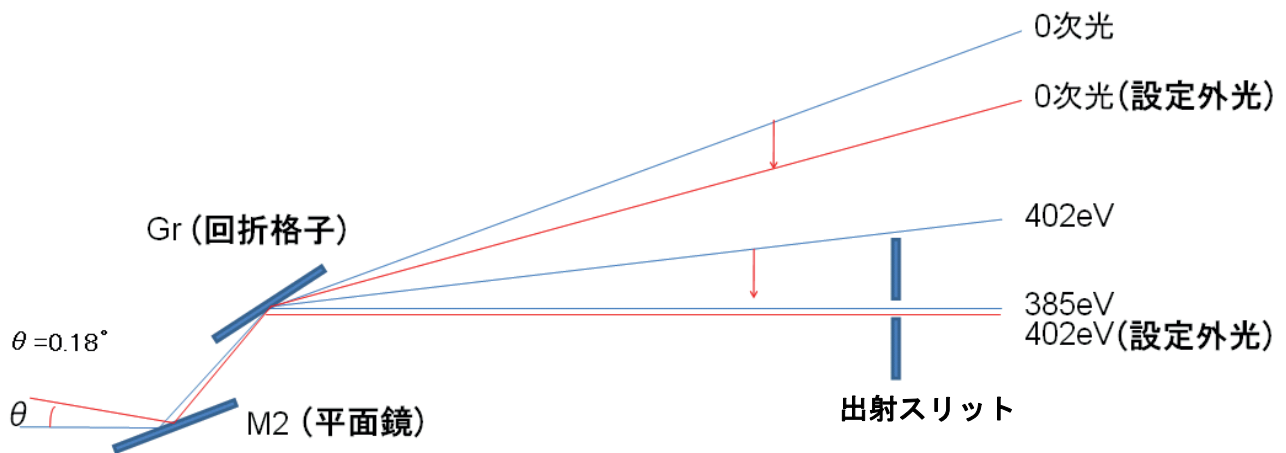


図 13 設定外光源の推定 1 (青線が設定光の光路)  
(上流側上方から回折格子に入射するように反射光源があると赤線のような光路を通して設定外光が出射スリットを通過する)

### 3.3 原因探索

回折格子より上流側は、図 14 のようになっており、角ダクト(Square duct)、BBS(Branch Beam line shutter)などを疑ったが、測量器などで調べたところ、アンジュレーター光が直接当たるような状況には無いことが分かった。また、複数回反射していると、真空紫外光は反射角にも依存するが 1 回反射当たり光強度は一桁程度落ちることが分かっているため、観測可能な光強度は無いであろうことが予測された。

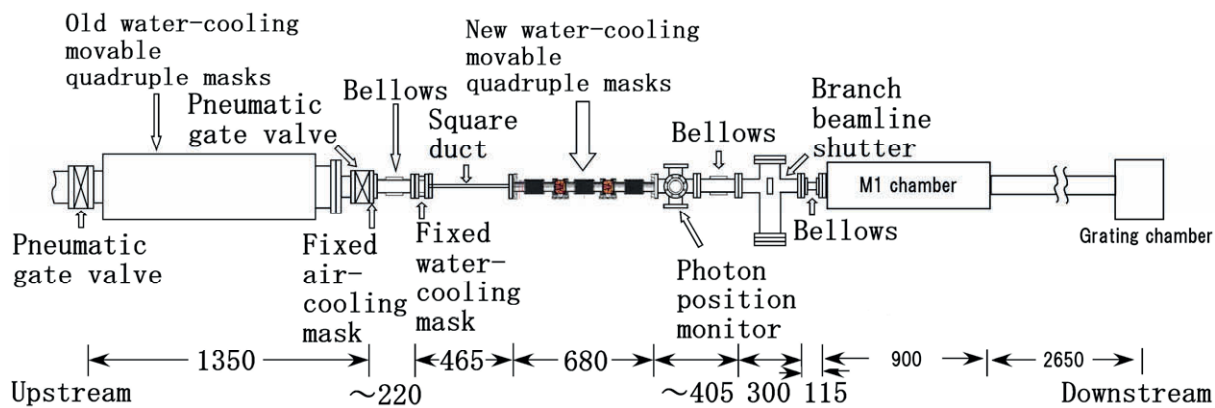


図 14 回折格子(grating chamber)の上流図面

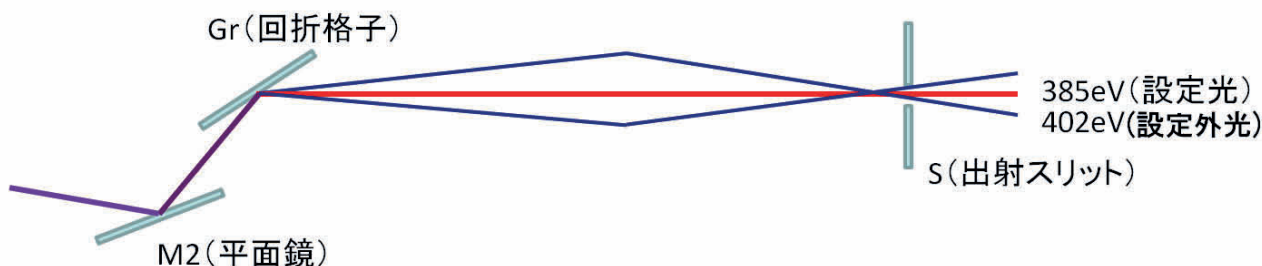


図 15 設定外光源の推定 2

(入射光路が一緒でも回折格子の後に反射体があると、  
波長分散した光が設定外光となって出射スリットを通過する)

前置鏡、平面鏡および回折格子が曲がっている可能性も検討したが、それぞれ、照射面を変更しても、 $N_2$  スペクトル測定による 385eV 付近の設定外の光の状況はほとんど変わらなかったため、設定外の光の原因がそれらの曲がりではないことが確認された。最後に、回折格子と出射スリットの間のダクトの反射を検討した。ダクトは円筒面のため左右集光点が変わり、試料に集光しないと考えられた。しかし、図 15 のように反射してくることは、ありえると考えられた。そのため、念のためダクトをサポートとダクトの間にシムを図 16 のように入れ、継ぎ目のペローズをゆがませることで傾け、 $N_2$  スペクトル測定による 385eV 付近の設定外の光を観測した。その結果、図 17 のように図 11 と比べ大きく変化したため、設定外の光は回折格子と出射スリットの間のダクトの反射による散乱光が原因だと、断定された。



図 16 ダクトの傾け方法

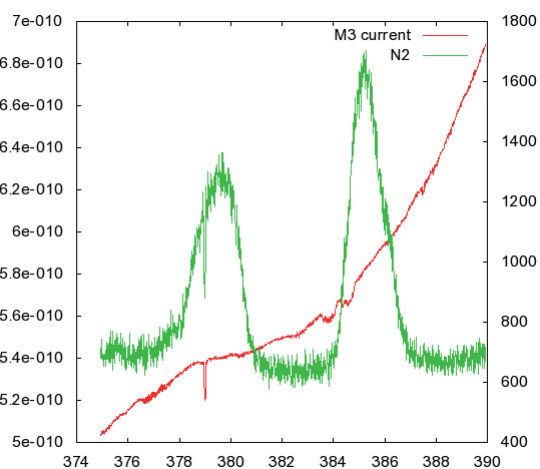


図 17 ダクトを傾けた時の設定外光  
(緑：イオン収量、赤：後置鏡電流)  
(左の山が1つになっている)



#### 4. 応急対策と本格対策

シムを入れる部分を変えて傾けるダクトを変えて行くと、最終的に表1のようにダクトの支持を変更すると図18のように、すべての設定外の光を消すことができた。図10と比べると、380eV付近の小さい山が消えてるのが分かる。

対策としては、散乱光を止めるマスクやスリットを導入することが考えられたが、真空度を考えると、ユーザーの実験時間が迫る中、真空を破って、それらを設置することは難しく、応急対策としてダクトを傾けたまま、使用してもらうこととし、冬のシャットダウン中に、ダクトの継ぎ目に ICF70 用のブランク銅ガスケットをマスクに加工したもの(図19)および粗い左右スリットが付いている六方管に散乱光防止上下スリットを追加することとした。

応急処置でも、設定外光が試料に導入されていないことは小澤氏により SES200 でも確認された。

本稿執筆時点で、マスクおよびスリットの設置を行ったところである。ガスケット加工のマスクは3つ設置し、光源から約26m地点のベローズの上流側、約29m地点のベローズの上流側、32m地点のベローズの下流側にそれぞれ設置した。今後、ビームライン調整を行い、散乱光防止上下スリットの位置を決める予定である。

なお、ビームラインとしては、垂直集光位置に関するビームライン調整を行い、性能を向上させることも行う予定である。

表1 ダクトの支持の変更方法

光源からの位置	シムの厚さ	位置の詳細
約26m	3mm×2枚	ベローズの下流
約29m	3mm×1枚	ベローズの下流
約32m	3mm×2枚 12.7mmの円筒スペーサーを 抜き、下げた。	ベローズの上流

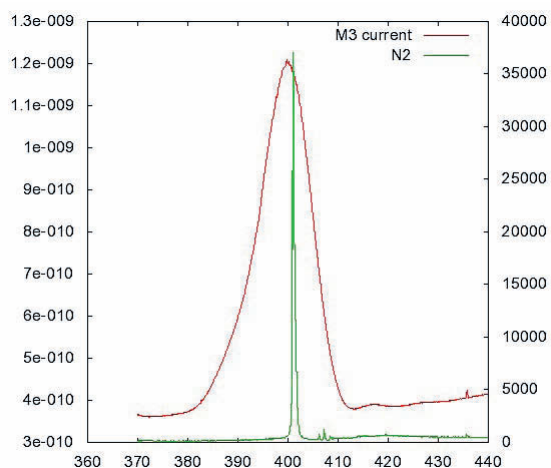


図18 設定外光の除去後のN<sub>2</sub>スペクトル



図19 ガスケット加工マスク

#### 5. 結論

今回、散乱光による設定外の光が観測されうことは、想定されていなかった。しかし、内面研磨した真空容器には、光の反射が起きることには注意しなければならない。また、回折格子は、波長分散を起こす分散素子のため、分散方向にはまんべんなく光が広がっていく。そのため、特に1回反射光および波長分散していない強度の強い正反射光には十分注意しなければならないことが分かった。

今回は、1回反射の分散光が問題となったが、数回反射の正反射光も問題になりうるので、今後は十分注意する必要がある。

## 6. 謝辞

散乱光源の推定に関して様々な指導、助言を頂きました雨宮健太准教授、伊藤健二教授、柳下明教授には、大変お世話になりました。この場を借りて深くお礼申し上げます。

## 7. 参考文献

[1] 軟 X 線ビームライン BL13 の建設(豊島章雄、他：平成 21 年度高エネルギー加速器研究機構技術研究会 茨城県つくば市 2010 年 3 月 18 日～19 日)

[2] 有機薄膜研究用高輝度真空紫外軟 X 線ビームライン BL-13A の開発 (豊島章雄、他：日本放射光学学会年会 姫路 2010/01/08)

[3] "Construction of a New VUV/Soft X-ray Undulator Beamline BL-13A in the Photon Factory for Study of Organic Thin Films and Biomolecules Adsorbed on Surfaces", K. Mase, et al, AIP conference proceedings 1234, 709-712 (2010).