

BL27SU 軟X線光化学

1. はじめに

軟X線光化学ビームライン(BL27SU)は、分光素子を介さない高強度軟X線を利用できる照射実験ステーション(軟X線CVD実験ステーション)と、不等間隔刻線平面回折格子型分光器(VLS-PGM)により単色化された超高分解能軟X線を利用できる分光実験ステーション(軟X線光化学実験ステーション)を中心としてユーザー利用が行われている。各実験ステーションにおいて、2002年度に行われた改良について報告する。

2. 軟X線CVD実験ステーション

軟X線CVD実験ステーションでは、Figure-8アンジュレータからの軟X線を、分光素子を介さず高強度で利用可能である。それを利用して、アブレーション法による薄膜作成やエッチングなど新しい機能性材料の作成や反応の探索を目的とした照射実験が行われ、軟X線励起特有の興味深い反応が見出されつつある。しかしながら、本実験ステーションは集光素子を用いていないため得られる軟X線ビームは光子密度が低く、光子密度を高めるための集光素子の導入が強く希望されてきた。このため、BL27SUではビーム強度を損なうことなく試料点に集光できるよう、非球面高集光鏡の開発を進めてきた。これまでの開発・テストにより水平方向について1/23倍の集光を実現し、その実用化の目処をつけた^[1]。この結果を元に、1/100の集光が得られるよう新たな非球面高集光鏡を軟X線CVD下流に設置し、高密度軟X線照射実験ステーションの建設に着手した。現在、ユーザー利用に向けて光学系の調整が進められている。

3. 軟X線光化学実験ステーション

軟X線光化学実験ステーションでは、VLS-PGMにより単色化された超高分解能軟X線ビームを利用できる実験ステーションである^[2]。また、高強度・高分解能という特徴以外にも、2.7keVの高エネルギー領域までを一台の回折格子型分光器でカバーしている、アンジュレータのギャップ値を変更するだけで、水平・垂直の両直線偏光を同一の実験配置で利用できる、10ミクロン(縦方向)程度にまでビームがフォーカスされている、といった特徴も兼ね備えている。直列に配置された3つの実験ステーションにおいて、内殻電子を励起した原子・分子あるいは固体・表面吸着種の高分解能分光測定実験が様々な手法を用いて行われている。同実験ステーションにおいては、以下の3

件の大きな改造が行われた。

3-1 軟X線光化学実験装置移動機構の導入

軟X線光化学実験ステーションは、VLS-PGMの下流側に3つの実験ステーションが直列に配置されている。それらの中で、下流側に配置された2つの実験ステーションについては、各実験チェンバを搭載した大型ステージをレール上に配置することにより、容易にビームライン上とオフラインの切り替えができるようになっている。本システムを利用することで、光軸上に再現性良くチェンバを設置することができ、ビームライン上への装置の設置と位置調整の時間の軽減になっている。しかしながら、同ステーションの最上流に設置された光化学実験装置は、これまでビームライン上に固定され、移動機構が備え付けられていなかった。同装置は、標準で装備しているリフレクトロン型質量分析装置・円筒鏡型電子エネルギー分析装置・阻止電場型イオン分析装置に加えて、ユーザーが持ち込むさまざまな分析装置を組み合わせた同時計数実験を行う多目的装置である。そのため、検出器の設置と調整に、事前に多くの時間を必要としている。しかしながら、ステーションの最上流に設置されているために、それよりも下流側で実験が行われている際は、装置の取り付け・調整ができないという制約があり、実験準備時間が不足する事態がしばしばあった。そこで、同装置についてもチェンバを設置した架台をレール上に配置し、容易にビームライン上から移動できるように改造した。これまでは停止期間や他のランチで実験が行われている期間に限定されていた装置の調整時間が十分確保されるとともに、その後光軸上に容易に装置を設置することができ、ユーザーの利便性を大きく向上させるものと期待される。また、装置がオフラインに移動したあとの空間は、ユーザー持ち込み機器設置スペースとしても利用可能である。

3-2 高分解能光電子分析装置の検出系改造

C2ステーションに設置された気相用高分解能光電子分析装置(SES-2002)の試料導入部を、キャピラリアレイを用いた分子線に改造したことは、昨年の本誌上でも報告した^[3]。分子の内殻励起ダイナミクスの研究においては、同時計数法を用いてイオン化の際に生成する光電子やオージェ電子と生成物イオンの相関を詳細に観測することが、電子緩和経路とその後のイオンの解離チャンネルを明らかにする上で重要である。高分解能電子分光を実現した次の

ステップでは、SES-2002を単なる電子エネルギー分析器としてのみ利用するのではなく、同時計数測定に用いる機器として発展させてゆくことが必要であり、そのためにSES-2002に標準で装備されているCCDカメラによる信号検出システムを、同時計数測定に適したディレイラインアノード型位置敏感検出器に改造を行なった。

検出器には、Roentdeck社製のディレイライン型位置敏感検出器を採用した。これと同社製のTDC(HM-1)を組み合わせて使用することにより、150ps以下の時間分解能を達成している。ディレイライン型位置敏感検出器を備えたSES-2002には、(1) Scanモードと(2) Fixモードの2種類の測定モードが備えられている。Scanモードは、分析器を透過する電子のエネルギーを掃引しながら電子強度分布を測定するモードであり、標準型CCD検出器を用いた場合と同様の測定が可能である。制御ソフトの操作性や調整方法など、従来の標準型検出器を使い慣れたユーザーにも違和感なく利用できるよう設計されている。また、Fixモードにおいては、分析器を透過する電子の運動エネルギーを固定した状態で、位置敏感型検出器を用いて電子強度分布を測定するモードであり、主に同時計数測定に利用される。分子線利用時には、SES-2002の対向はフリースペースとなっており、ユーザーが持ち込む様々な測定器を組み込んで同時計数実験を行なうことが可能である。

超高分解能分光器とSES-2002を組み合わせた高分解能共鳴オージェ分光により、これまでにさまざまな分子について内殻励起状態における分子変形過程を実験的に明らかにしてきた⁴⁾。次のステップでは、さらに解離イオンとの相関を直接捕らえることにより、内殻励起状態における分子変形過程とオージェ緩和後の様々な解離チャンネルの関係を明らかにすることを目指している。

3-3 反応性試料供給・処理装置拡張

BL27SUでは、多種多様な反応性ガスを安全にユーザー利用可能とするために、2000年3月に反応性試料供給・処理装置を導入し、すでにビームラインに欠くことのできないユーティリティ設備として、広くユーザー利用に供されている。しかしながら、設備が導入された後、ビームラインに新たな測定装置が多数導入され、既設の設備ではユーザー実験の安全性を確保するために不備が生じている。また、当初、設備を導入する際に想定されていた反応性試料にとどまらず、新規試料の持ち込み希望も後を絶たない。そこで、ビームラインの拡充さらには新たな試料のユーザー利用に安全に対応するべく、以下の拡張工事を行った。

(1) 排気ダクト延長工事

Cブランチには反応性試料を使用する実験ステーションが3箇所存在する。しかしながら、反応性試料供給・処理装置が敷設された当時には、最上流の実験ステーションし

か無かったため、下流側のステーションまでは反応性試料排気ダクトが敷設されていなかった。そのため、下流のステーションにおいて反応性ガスを用いた実験を行うときには、フレキシブルチューブにより上流まで排気配管を延長し、実験チェンバで発生した排気ガスを排出している状況であった。それらの状況を改善するべく、既設の排気ダクトを途中で分岐して各ステーションまで延長し、ステーションごとに真空ポンプからの排気ガスを最短経路で安全に排気できるように改造を行った。

(2) 少量試料持ち込み用キャビネットの新設

既存の反応性試料供給・処理装置は、反応性の高圧ガスを想定して設計されたものであり、試料の持ち込みについても10Lの高圧ポンペを原則としてきた。しかしながら、反応性試料の中には、新規合成試料や希少試料など小型のレクチャーボトル(1L程度)以外では入手困難な試料も数多く存在する。そのため、近年レクチャーボトルに充填した少量サンプルの持ち込みへの対応が強く要望されてきた。また、これまでの様に10Lポンペに充填して試料を持ち込むと、実際に測定に使用される量よりも遙かに大量のガスを持ち込むこととなり、安全上の問題からも持ち込み量を減少させることは有益である。そこで、少量試料持ち込みに対応すべく、小型レクチャーボトル用キャビネットを新たに設置した。

新設されたキャビネットには、1L程度のレクチャーボトルを2本収納し、試料を供給するための配管がそれぞれのレクチャーボトルに対して装備されている。また、それぞれの試料供給ラインには緊急遮断弁を配置し、既存のインターロックシステム(警報盤)にその信号を取り込み、既存のシステムと合わせて統一的に制御されている。漏洩検知器については、既設のシステムに備え付けられている可燃一般試料用検知器に加えて、有機溶剤用検知器を新たに追加した。入手可能な検知器と除害剤の関係上、本キャビネットを用いて使用できる試料ガスは、可燃性試料に限定している。多様な光化学過程を研究対象とするBL27SUにおいては、多様な反応性試料が取り扱えることは大きな利点であり、さらなる研究分野の拡大と新たな内殻励起反応の探索が行なわれるものと期待される。

参考文献

- [1] S. Miura et al. : Nucl. Instr. Methods **A467-468** (2001) 287
- [2] H. Ohashi et al. : Nucl. Instr. Methods **A467-468** (2001) 533
- [3] 為則雄祐 : SPring-8年報 **2001年度** (2002) 68
- [4] 例えば、K. Ueda et al. : Phys. Rev. Lett. **90**(2003)233006

利用研究促進部門

分光物性グループ・軟X線チーム

為則 雄祐