

BL37XU 分光分析

1. はじめに

BL37XUは2000年度補正予算により建設された共用ビームラインで、その目的はBL39XUに併設されていた分光分析実験ステーションを独立させることである。37XUでは、蛍光X線をキーワードして、X線顕微鏡・ μ -XAFS・ホログラフィー・斜入射X線分光などの手法を用い、微小領域分析・表面(界面)分析・微量分析をはじめ幅広い分析法への対応を目指している。コミショニングは2002年5月から開始され、2002B第9サイクル(11月)から共同利用が始められた。なお、建設経緯などの詳細は後藤らによる報告^[1]を参照されたい。

2. ビームライン及び光学系

2-1 ビームラインの概要

ビームラインの構成は、挿入光源 - フロントエンド - 光学ハッチ - 実験ハッチ1(光源からの距離は55m) - 実験ハッチ2(光源から62m)となっており、各要素にはSPring-8において標準化されたコンポーネントが用いられている。光源には真空封止アンジュレータを採用しており、最小ギャップ値は8mm($K=2.58$)で4.4keV以上のエネルギーに対応している。BL37XUでは光学ハッチ内の輸送系に2つのブランチが設けられており、標準型2結晶モノクロメータを有するAブランチと、結晶1枚振りのモノクロメータを設置したBブランチがある。以下各ブランチの詳細について述べる。

(1) Aブランチ

このブランチはSi(111)標準型2結晶モノクロメータとそ

の下流に設置された2枚の水平偏向ミラーからなる。このためモノクロメータからのストレート光とそれと平行な反射光を選択して利用することができる。分光結晶はSi(111)を使用し、結晶の冷却方式は水冷のピンポスト冷却である。ミラーは長さ700mmで視射角 $0 \sim 7.5\text{rad}$ の範囲で設定可能である。ミラー本体は石英を母材とした平面鏡でありPtとRhの2種類がコーティングされている。これらは光軸に対して直角方向の並進機構により切り替えることができるので、使用するエネルギーによって使い分けることが可能である。また、ミラー調整機構はベント機構を備えるため、高調波除去とともに水平方向の集光も可能となっている。

(2) Bブランチ

本ブランチは高エネルギーブランチとしてアンジュレータビームラインに初めて導入を試みられたものである。Aブランチの2結晶モノクロメータの上流にSi(111)の1枚振りモノクロメータを設置し水平方向・蓄積リング寄りに偏向したX線を取り出す。このような配置から分光結晶のブラック角は 1.5° と固定されているので、Si(111)を使用している現在では75.5keVのX線を取り出すことになる。アンジュレータの高次のピークをこのエネルギーに合わせるようにギャップを調整することが必要である。高エネルギーモノクロメータの調整機構は偏向電磁石ビームラインの白色対応のミラーと同様のものが用いられている。結晶冷却についても同じで、サイドクーリング方式の間接冷却が採用されている。

ブランチの切替は高エネルギーモノクロメータの結晶を

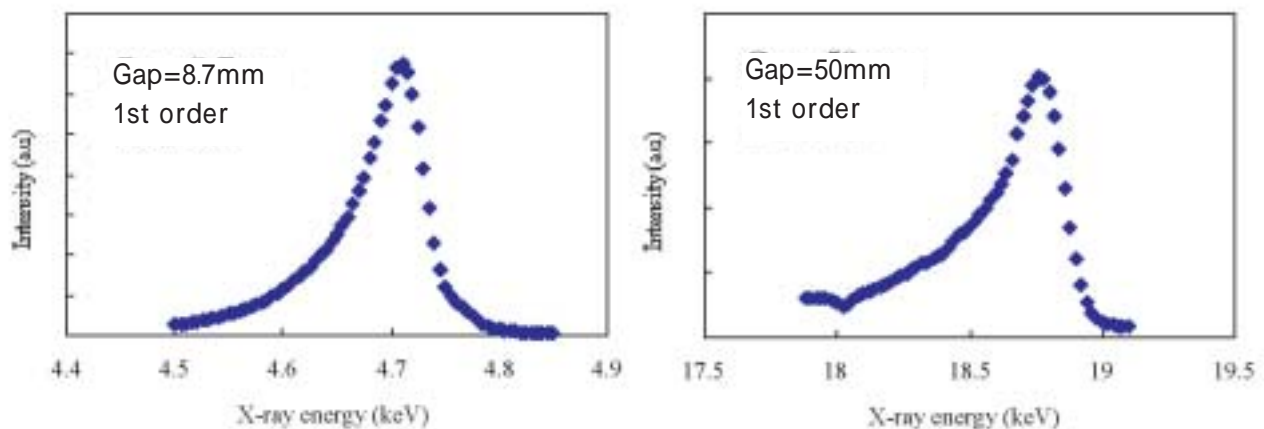


図1 アンジュレータ放射のスペクトル

光軸に対して挿入・退避によって行われるため、2つのブランチの同時使用はできない。また、BブランチのX線は実験ハッチ1までしか導入されていない。

2-2 光学系の現状

(1) Aブランチ

現在までの実績ではAブランチの使用が全体の9割近くを占めており、本ビームラインでの主力となっていると言える。コミッションングにおいてもAブランチを中心に行い順調に進んだが、共同利用開始の2002年11月に2結晶モノクロメータの第1結晶を破損するという出来事に度重なり襲われた。その後は光学系・輸送チャンネルグループの尽力により改良が進んだピンポスト分光結晶を用い、共同利用実験に供されている。

立ち上げ期に行った評価として、アンジュレータ放射のスペクトル測定の例(図1)と標準試料の吸収スペクトル(図2)を示す。さらに、Aブランチでの最大の目標である

K-Bミラーによるマイクロビームを実現するために、光学系の評価としてフレネルゾーンプレートによるマイクロビーム生成を試みた。図3はエネルギー10keVにおいて集光した場合のビームプロファイルであるが縦方向・横方向のビームサイズはともに1 μm 以下であった。このことから、ピンポスト冷却によるモノクロメータであってもK-Bミラーを集光素子とした場合のビームサイズは1 μm 程度となることが期待される。ビームの定位置出射に関しては $\pm 4 \sim 16^\circ$ の範囲において縦横0.3mm以内となっている。

(2) Bブランチ

75.5keVにエネルギーを固定し、アンジュレータのギャップを掃印した場合のスペクトルを図4に示す。アンジュレータの5次光以降15次光までを用いることで光子フラックス $1 \times 10^{10} \sim 10^{12}$ phs/secのX線が得られることがわかった。間接冷却ではあるが、実験ハッチ内のビームモニター上においてドリフトあるいは振動などはほとんど見られていない。

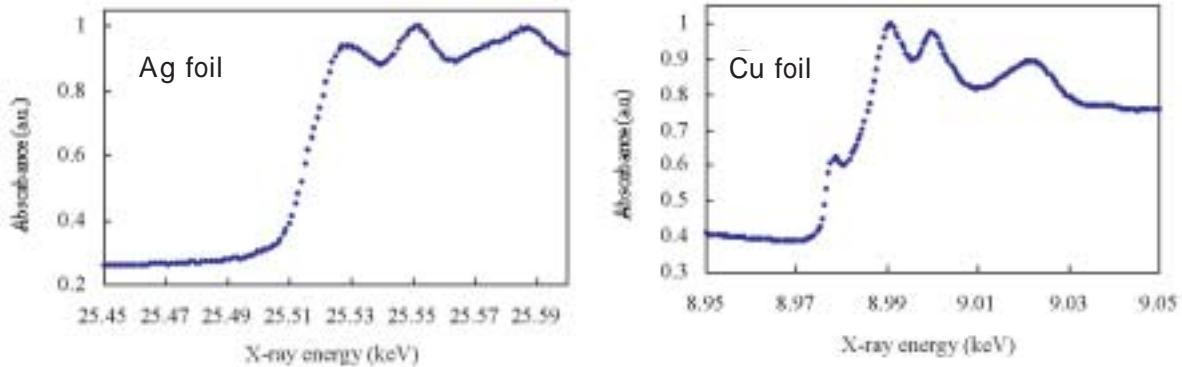


図2 Ag, Cu金属箔のX線吸収スペクトル

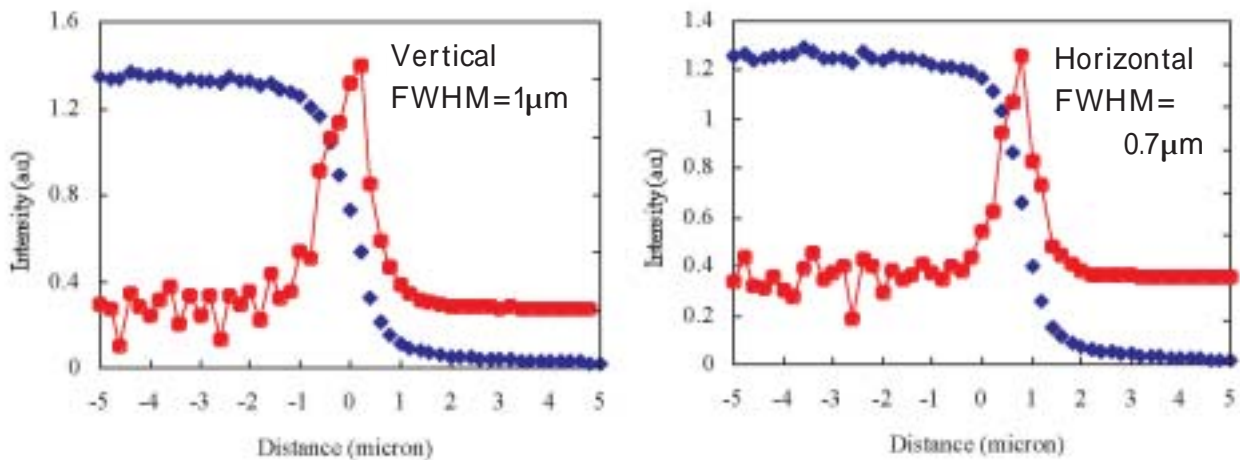


図3 フレネルゾーンプレートを用いたビーム評価 (E=10keV, 焦点距離: 200mm)

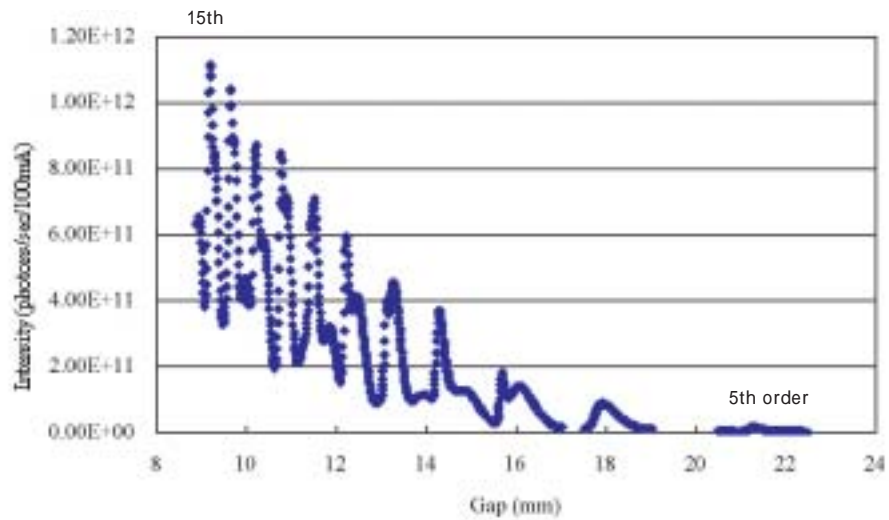


図4 75.5keVにおけるアンジュレータギャップスキャンの結果



図5 実験ハッチ1内の様子
(E=10keV, 焦点距離: 200mm)

参考文献

[1] 後藤俊治他: SPring-8 利用者情報 6 (2001) 193.

利用研究促進部門II

顕微分析グループ・分析チーム

寺田 靖子

3. 実験ステーション

図5は実験ハッチ1内に設置された装置の一部である。X線顕微鏡・汎用蛍光X線分析装置・多目的回折計についてはBL39XUに導入され立ち上げ調整・共同利用実験が開始されていた。37XUへ移設後は装置の基本性能の確認を行った。

本ビームライン立ち上げと共に新たに導入されたものは、高エネルギー蛍光X線計測システム・低真空SEMである。高エネルギー蛍光X線計測システムでは、基礎評価として金属標準溶液を使った検出限界を求めた。その結果Sb: 14 pg, La: 2.0 pg, Lu: 18 pgとなり、大気中での測定ではあるが重金属元素の微量分析が可能であることが明らかになった。低真空SEMについては試料室へのX線の導入とエネルギー分散型検出器としてSDDを新たに導入し、現在立ち上げ調整中である。