

BL27SU 軟X線光化学

軟X線光化学ビームライン (BL27SU) は、分光素子を介さず高強度軟X線を利用できる照射実験ステーション (B-ブランチ) 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 (C-ブランチ) を備えている^[1]。現在は、主に分光実験ステーションを中心に、気相から固体試料に至るまで幅広い系を対象として活発なユーザー利用が行われている。2009年度は、B-ブランチ下流に結晶分光器を配し、高い軟X線領域を対象とした分光実験ステーションとして新たに整備を行った。本稿では、これらビームラインの高度化整備状況を中心に報告する。

1. 2.3 keV以上の軟X線利用を目的とした結晶分光器の導入

BL27SUの特徴の一つは、0.17~2.8 keVの広いエネルギー範囲を1台の回折格子分光器でカバーしている点であり、広範な元素を対象とした実験が可能である^[2]。現在、この特徴を活用した、軟X線吸収分光測定環境の整備を積極的に進めつつある。その一環として、シリンドリフト検出器を利用した部分蛍光収量法による低濃度元素の分析^[3]や、ヘリウムパスを利用した大気圧環境下吸収分光測定装置などの整備^[4]を、昨年度までに実施してきた。

既存の回折格子分光器は全ての光学素子が金でコーティングされているため、2.3 keV近辺で急激に光量が低下するという問題を抱えていた (図1)。2.3 keV以上の領域には、硫黄・塩素・カリウムといった元素のK殻吸収端が存在する。この領域は、従来の回折格子型分光器と結晶分光器がカバーするエネルギー領域の中間域に位置し、高品質のX線を供給することが困難であった。これらの元素が重要な役割を果たしている物質は、生体試料・環境物質・触媒など多岐に渡るとともに、社会問題とも直接関連した重要な研究対象を多く含んでいる。SPring-8の軟X線ビームラインでは、2 keV以上の高い軟X線領域においても挿入光源の1次光でX線が利用可能であり、その利用環境の整備に対する強い要望があった。

2009年度は、照射ブランチ下流に結晶分光器を新たに配備し、高エネルギー領域を対象とした分光ステーションとして新たに整備を行った。本実験ステーションでは、分光素子としてSi (111) チャンネルカット結晶を採用した。そのため、結晶の回転動作のみで単色化された軟X線を得ることができる。また、単色化された軟X線は、K.B. (Kirkpatrick-Baez) 配置された2枚の非球面鏡によって集光される。集光光学系は、かつてBL27SUで開発・テストが行われた機器をオーバーホールして再配備した。その際、集光鏡の表面に

Niコーティングを施し、2.5 keVの軟X線利用に反射率を最適化した。本実験ステーションの整備が行われることによって、硫黄のK殻吸収端 (2.5 keV) において $\sim 10^4$ の分解能、 $\sim 10^{11}$ photon/sの光子数、10 μm 以下に集光された軟X線が利用可能となる (図1)。これらの仕様は、BL27SUのCブランチにおいて回折格子型分光器が現在供給している軟X線と比較すると、分解能で約3倍、光子密度で約1万倍に相当する。新たに導入された分光器は2010年4月より立ち上げ調整を開始し、2010年10月からの一般利用を目指して調整を進めている。

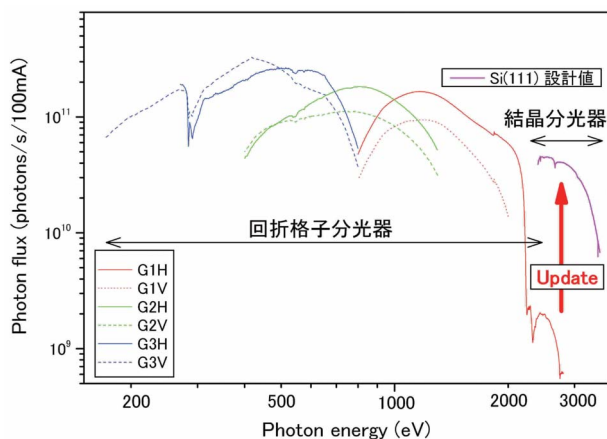


図1 BL27SUにおいて回折格子型分光器が供給する光量分布曲線 (赤・緑・紫)。いずれも、 $E/\Delta E=5000$ の条件で測定した実測値である。また、結晶分光器によって供給される光量分布曲線 (紫、設計値) も合わせて示した。

2. 固体分光ステーションにおける集光ビーム利用のための技術開発

BL27SUのCブランチ最下流に位置する固体分光ステーションでは、固体試料の軟X線光電子分光、軟X線発光分光、軟X線吸収分光が行われている。試料上での放射光の集光サイズは現在のところ縦10 μm ×横250 μm 程度であり、この集光ビームを用いて1 mm以下の小さな試料の測定が行われることも多い。そこで、小さな試料の位置合わせを測定真空槽内で効率良く行えるようにするため、超高真空に対応した放射光同軸カメラを開発した^[5]。図2に示すように、中央に放射光を通す穴のあいたミラーを用いる簡単な構造であるが、放射光の進行方向から試料をカメラで観察することが可能である。よって、カメラモニター上に蛍光板上で光る集光スポット位置をマークしておけば、ビーム位置に試料を容易に合わせることができる。既にユーザー

実験に導入されており、試料位置合わせの時間が短縮され、実験が効率化された。また、この同軸カメラは高倍率の長作動距離光学顕微鏡と組み合わせることによって、10 μm 程度までの小さい試料についてもその位置を確認ことができ、将来的に集光スポットを数 μm 以下にする高度化が行われた場合にも十分対応することができる。

軟X線光電子分光では検出深さが数10Å程度であるため、固体試料の測定では表面の酸化膜等の汚染層を真空中で除去して測定することが多い。単結晶試料の場合には、真空中での劈開によって清浄面を得るのが一般的である。固体分光ステーションでの現状の集光スポットの場合、0.5 mm以下の試料も測定対象となり得るが、既存の劈開

器（タンゲステン刃で試料を挟みこむもの）は手動操作によるもので、小さな試料の真空中での劈開は多くのユーザーにとって容易ではない。そこで我々は、パルスモーター駆動を採用することで、精密操作が可能で、かつ、光学顕微鏡観察で試料と劈開刃の正確な位置合わせができる劈開システムを開発した(図3)^[6]。このシステムで劈開試験を行ったところ、約80 μm のSi単結晶の真空内劈開に成功した。現状のビームサイズを考慮すれば、この劈開器の導入により、従来は困難であった0.5 mm以下の小さな試料の測定が可能となった。また、将来的にビームスポットをさらに小さくする高度化を行えば、この劈開器により10 μm 程度の試料まで測定が可能になると期待される。

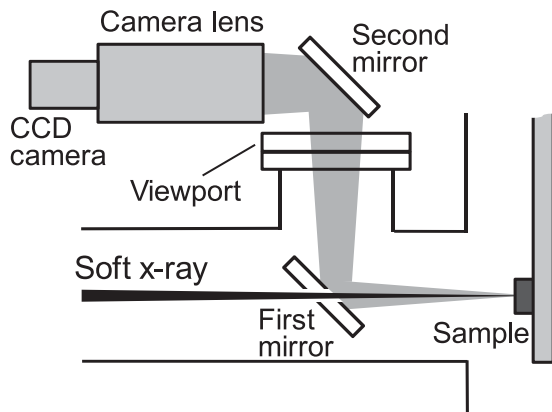


図2 固体実験ステーションに導入した放射光同軸カメラの概略図。放射光を通す穴のあいたミラーを用い、放射光の進行方向から試料をカメラで観察する。2枚目のミラーは鏡像反転を解消するために用いているが、CCDカメラの像をソフトウェアで反転させることができる場合には省略できる^[5]。

参考文献

- [1] H. Ohashi, E. Ishiguro, Y. Tamenori, H. Kishimoto, M. Tanaka, M. Irie and T. Ishikawa : *Nucl. Instr. Methods, A***467-468**, 529 (2001); K. Ueda, *J. Phys. B At. Mol. Opt. Phys.* **36** (2003) R1-R47.
- [2] Y. Tamenori, H. Ohashi, E. Ishiguro and T. Ishikawa : *Rev. Sci. Instrum.* **73** (2002) 1588.
- [3] SPring-8年報、2008年度、P70-71.
- [4] Y. Tamenori : *J. Synchrotron Rad.***17** (2010) 243-249.
- [5] T. Muro, Y. Kato, T. Kinoshita, and Y. Watanabe : *J. Synchrotron Rad.* **16** (2009) 595-596.
- [6] T. Muro, Y. Kato, T. Kinoshita and Y. Watanabe : *Rev. Sci. Instrum.* **81** (2010) 043901.

利用研究促進部門、分光物性Ⅱグループ

為則 雄祐

木下 豊彦

〈応用分光物性グループ〉

室 隆桂之

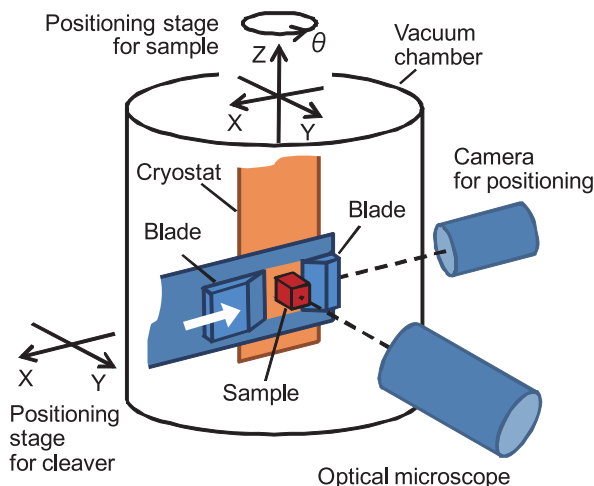


図3 固体実験ステーションに導入した微小試料用劈開システムの概略図。真空槽の外から観察可能な長作動距離光学顕微鏡を用い、微小試料に対して劈開刃の位置を正確に合わせることができる^[6]。