

BL37XU 分光分析

1. 概要

BL37XUでは主に、広いエネルギー領域にわたる顕微分光分析（サブミクロン～ミクロン分解能）及び高輝度アンジュレーターX線を利用したXAFS法（蛍光分光XAFS、深さ分解XAFS等）を用いた利用研究が展開されており、2010年度もほぼ順調にユーザー実験を遂行することができた。2010年度に実施したビームラインの整備・高度化の主なものは、以下の2件である。1件は夏期停止期間中に実施した2結晶分光器の改造である。これは第1結晶の冷却構造の改善とコンプトンシールドの設置による分光器の熱対策及び水冷配管に起因する振動の抑制を目的としたものである。もう1件は低炭素研究ネットワークの整備事業の一環として、ナノビームX線分光分析の実現を目標とした液体窒素冷却2結晶分光器の導入と第3実験ハッチの新設である。また、走査型X線顕微鏡のX線集光素子として使用している全反射Kirkpatrick-Baezミラー（KBミラー）の反射面の劣化とその対策について検討した。以下では、KBミラー面劣化の検討とナノビーム集光に関わるビームライン整備について報告する。

2. 走査型X線顕微鏡用全反射ミラーの経年劣化の検討と対策

走査型X線顕微鏡の集光素子として全反射KBミラーを用いる場合、試料に照射されるX線はできる限り高強度であることが望ましいため、ミラー表面は常に“その時得られる最高強度の”アンジュレーター光にさらされることになる。例えばX線エネルギーが10 keVの場合 10^{13} photons/s/mm²レベルのフラックス密度をもつX線がミラー表面に入射することになる。このため、長期間使用によるKBミラーの表面劣化とその対策についての検討を今回実施した。

図1に、約3年間の使用した2枚のミラーから構成されるKBミラーに対して、X線を測定光として計測した2回反射像（遠視野像（far field image））を示す。2枚のミラーの設計パラメータは、視斜角は2.8 mrad、それぞれの焦点距離は100 mm及び50 mmである。ミラー反射面（幅34 mm×長さ45 mm）の半分領域にはPtがコートされており、残り半分領域は地のSiO₂基板のままである^[1]。図1 (b) は3年間使用したPtコート面の像（X線エネルギー：10 keV）、図1 (a) は3年間ほとんどX線照射されなかったSiO₂基板面の像（X線エネルギー：8 keV）、図1 (c) は再コートしたPtコート面の像（X線エネルギー：10 keV）である。各像に見られる縞状の構造であるスペckルを比較すると、長期間使用後のPtコート面（図1 (b)）は他と比較して鈍い像になっていることがわかる。また、図1の各反射面により形成された集光ビームのサイズ（縦×横）は、図1 (a)：0.8 μm×0.9 μm、図1 (b)：1.6 μm×2.3 μm、図1 (c)：0.8 μm×1.0 μmであった。各反射面に対するスペckル像及び集光ビームサイズの比較検討から、長期間のX線照射によりPtコート面には劣化が起き、それに伴い集光性能の劣化が生じたことが判明した。また、Ptを再コートすることにより、スペckル像及び集光ビームサイズが共に回復することが確認された。また2枚のKBミラーのうち、劣化が著しいのは焦点距離100 mmのミラーであることが分かった。焦点距離100 mmのミラーは上流側に設置されており、分光器からの高輝度なX線を直接受けるため、下流側に設置される焦点距離50 mmのミラーに比べてダメージを被りやすいことが要因と考えられる。

以上より、全反射ミラーも経年劣化を示す消耗品として扱うことが必要であることが確認された。本KBミラーの使用時間は全ユーザータイムの約1/3であったので、ビームタイムを100%利用した場合に換算すると、劣化に關す

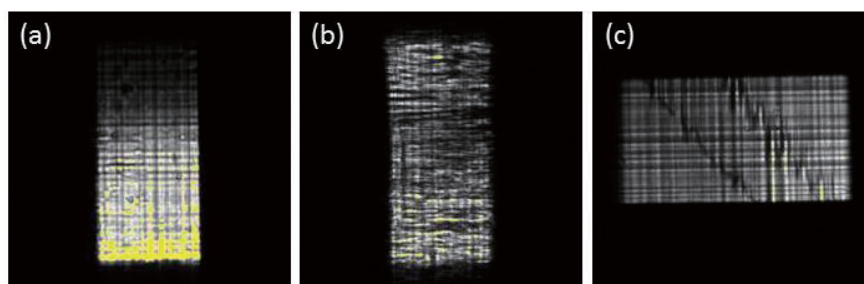


図1 全反射ミラー集光光学系を用いた2回反射光の遠視野像。(a) SiO₂面（劣化なし、X線エネルギー10 keV）、(b) 劣化したPtコート面（X線エネルギー10 keV）、(c) 再コートしたPtコート面（X線エネルギー10 keV）。ビームサイズ（縦×横）は、(a)：0.8 μm×0.9 μm、(b)：1.6 μm×2.3 μm、(c)：0.8 μm×1.0 μm。

る寿命は1年程度であるといえる。劣化のメカニズムについては現状不明な点が多いが、寿命を延ばす対策の一つとしてはフレネルゾーンプレートに対して行われているヘリウム雰囲気下での使用が有効であると考えられる。2011年度からはヘリウムチャンバー内でのKBミラーの利用を計画している。

3. ナノビーム集光のためのビームライン整備

2010年度末の完成を目指し、液体窒素冷却2結晶分光器の導入、第3実験ハッチ新設及びナノビーム形成安定化のための環境整備が進められた。これは、文部科学省指定の「低炭素研究ネットワークプログラム」による「グリーン・ナノテクノロジー」研究支援の一環として、理化学研究所による「グリーン・ナノ放射光分析評価拠点の整備」として行われたものである。本件の詳細については文献^[2]を参照されたい。

新設した第3実験ハッチの外観を図2に示す。BL37XUでは、第1実験ハッチで1 μ m程度のマイクロビームが得られている。新設した第3実験ハッチは光源と集光素子間の距離が垂直方向で79 m、水平方向で45 mとなるため、ビームの縮小率が大幅に向上し、100~300 nm程度の集光ビームの形成が期待される。さらに液体窒素冷却2結晶分光器の導入により結晶歪みの影響が小さくなるためビームの広がりが抑えられ、結果的に従来の分光器の場合よりも高強度

の集光ビームが実現できる。また、分光器の結晶面切り替えが可能のため、利用可能なエネルギー範囲を広げることができる。BL37XUでは、Si (111) とSi (511) の2種類の結晶面を導入し、38~113 keVの高エネルギーX線領域の集光ビームの形成を実現する計画である。高エネルギー領域での全反射ミラーについては既に開発済みである^[3, 4]。

以上の整備により、5~113 keVに渡って走査型X線顕微鏡を利用でき、かつ、マイクロビームとナノビームを切り替えて使うことが可能なビームラインが構築された。2011年度前期には輸送チャンネル光学系と集光系のコミッションと基礎検討を行い、2011年度後期から本格的なユーザー利用を展開する計画である。

参考文献

- [1] A. Takeuchi et al.: Rev. Sci. Instrum., 76 (2005) 093708.
- [2] 鈴木基寛他、SPring-8利用者情報誌, Vol.16, No.3 (2011) 201-209.
- [3] Y. Terada et al.: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., A616 (2010) 270.
- [4] Y. Suzuki et al.: Rev. Sci. Instrum., 78 (2007) 053713.

利用研究促進部門 分光物性Iグループ
寺田 靖子

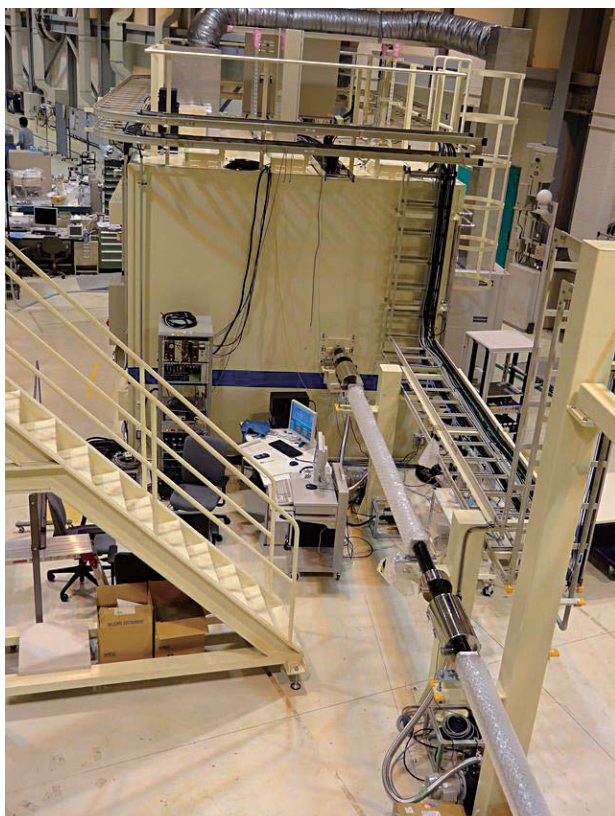


図4 増設した第3実験ハッチ。