

ビームラインへの微量酸素導入による光学素子汚染防止の試み

吉村大介

九州シンクロトロン光研究センター

九州シンクロトロン光研究センターの軟 X 線ビームライン BL10 においては、H25 年度秋から H26 年度前半にかけて、経年変化に伴う光学素子(X 線ミラーや回折格子)の表面汚れを取り除くための作業と、それに伴う光学素子の再設置及びアライメント、真空機器類の立ち上げ、分光器の再校正といった作業を行った。現在ではビームラインの供用も再開し、平常通りの運用を行っており、昨年度の成果報告会においては、光学素子洗浄に関する内容での発表を行った。

光学素子の汚れについては、今後もビームラインの利用を続ける限り、再び問題となってくることが予想できるが、これに対する根本的な対策は難しいのが現状である。しかし最近になって、光学素子真空槽内に微量の酸素を導入した上でシンクロトロン光を照射することにより、大掛かりな洗浄作業を行うことなく、光学素子の汚れを低減しようとする試みがなされ、かなりの効果が期待できるとの報告が挙げられている。そこで、当施設においても同様な試みを行うことにした。本発表においては、この試みについての詳細や現時点における効果について報告する。

ビームラインへの微量酸素導入による光学素子汚染防止の試み

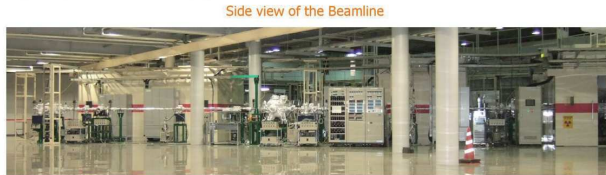
吉村大介 九州シンクロトロン光研究センター (SAGA Light Source)



Outline

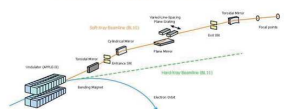
SAGA-LS BL10は、挿入光源(アンジュレータ)を利用する軟X線ビームラインである。H25年度後半からH26年度前半にかけて、経年変化に由来する光学素子(X線ミラー及び回折格子)の表面汚れを除去する作業を実施し、その作業の詳細やビームライン再立ち上げ後の性能評価に関して昨年の成果報告会にて報告した。光学素子の汚れの問題は、今後もビームラインの利用を続ける限り、避けることの出来ない問題であるが、大掛かりな光学素子洗浄作業を頻繁に行うことは困難である。そこで、シンクロトロン光使用時に光学素子真空槽内に微量の酸素ガスを導入することで、光学素子の表面汚染の影響を低減しようと試みたので、現在までの結果について報告する。

SAGA-LS BL10概要



Side view of the Beamline

Schematic view of the BL10

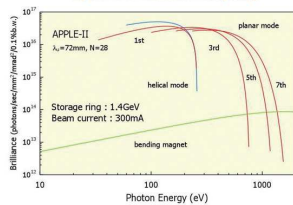


- 【ビームライン構成】
- ・ビームライン全長：約33m (実験装置含む)
 - ・利用エネルギー範囲：30~1200eV
 - ・分光器：Monk-Gillieson配置
 - ・中心刻線密度が300lines/mmと1200lines/mmの2種類の不等刻線間隔回折格子(varied-line-spacing plane grating: VLSP)を採用。
 - ・可変傾角範囲：167~176 deg.

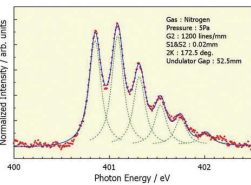
The APPLE-II undulator at SAGA-LS



Spectra of the SAGA-LS (calc.)



Absorption spectrum of Nitrogen gas



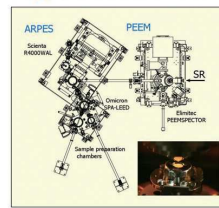
- 【分光器のエネルギー分解能】
- 窒素ガスの吸収スペクトル測定から分光器のエネルギー分解能の評価。測定条件は表中に表記。
- ・フォーク関数を用いたピークフィッティングにより見積もったエネルギー分解能(E/ΔE)は約7500。
 - ・まだ設計値には至っておらず、調整の余地がある。

Experimental Instruments



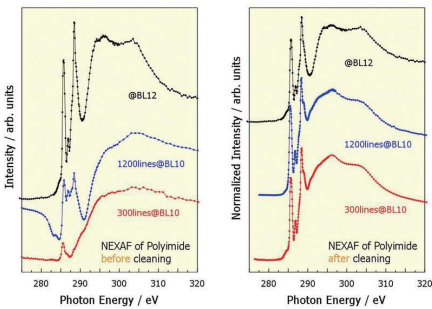
- 【光電子顕微鏡】
- Photoelectron emission microscopy (PEEM)
- PEEM本体：
Elmitech社 PEEMSECTOR(静電レンズ型)
- 試料マニピュレータ：
・6軸(x, y, z, チルト(x, y), 試料内回転(z))
・試料表面の中央約3mmφの任意の領域の観察が可能
・加熱&冷却：液体窒素を用いた約160Kまでの冷却
・液体窒素からの電子衝撃により約1300 Kまでの加熱
- PEEM撮像用CCD：
FUJIFILM社 SensiCam GE
・マルチ冷却式、タイマックレンズ12-bit、
露出時間 1ms~10000s
水銀ランプによるUV-PEEM測定も可能

Upper view of the endstation

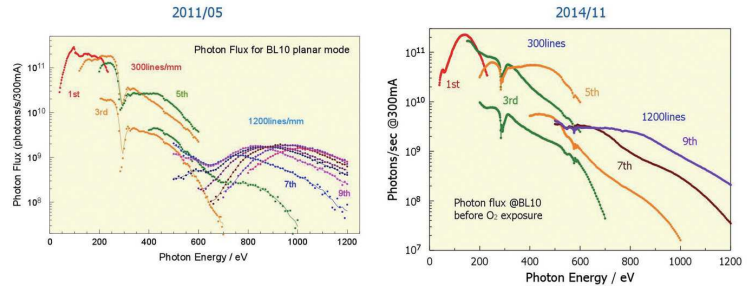


- 【高分解能角度分解光電子分光装置 (ARPES)】
- Angle-resolved photoemission spectroscopy (ARPES)
- 超高分解能光電子アナライザー：
Scientia社 R4000WAL (広角度型レンズタイプ)
・一度に検出可能な光電子放出角度が最大±15°
- 試料マニピュレータ：AVCH IGOINOL
・6軸(バルスモード駆動&遠隔制御)
・(x, y, z, z軸回転、試料内回転、チルト角)
・液体ヘリウムによる冷却が可能(〜10K)
- VUV光源&モノクロ：Scientia社 VUV5000 and 5040
- 試料準備チャンバー&試料蒸着チャンパー：
・準備槽では加熱、Arスパッタリングが可能
・試料評価用にSPALEED(Spot profile analysis low energy electron diffraction)装置を装備

光学素子洗浄前後の測定及びフラックスの比較



- 【炭素領域のNEXAFSスペクトル】
- 光学素子洗浄前後で、ポリイミド薄膜のNEXAFS測定を行った結果を示す。左の図は洗浄前、右の図は洗浄後のデータである。比較のため、BL12において得られた結果も示している。
- 洗浄前のデータでは、回折格子の2種類の刻線のどちらで測定した場合でも、得られる信号強度があまりにも弱い。スペクトル形状がおかしかったり、よく割れがうまくておらず、正常な測定ができていない。
- これに対して、洗浄後は正しいスペクトルが得られていることが自明である。



- 【フォトンフラックス】
- BL10水平偏光モードにおけるフォトンフラックスを示す。
- 左が2011年5月BL建設、立ち上げ後約2年経過時点、右が2014年11月(光学素子洗浄、再立ち上げ後半年経過時点)の測定結果である。両者の間で測定方法がやや異なる(左は金メッシュのカレント、右はフォトダイオードを測定し、それぞれ異なるデータ処理を行っている)こと、測定時点までの使用時間が異なること等から直接の比較はやや難しいが、以下のことと言える。
- ① 左のデータでは、汚れによって炭素吸収峰付近のフラックスが数十分の一まで減衰してしまっている。光学素子洗浄を行ったのは、この測定の際に2年以上経過しており、状況はさらに悪化していたと考えられる。
 - ② 光学素子洗浄後の立ち上げ作業に伴う光枯らしや分光器調整によって、半年程度でも汚れ(炭素)による吸収は始まっており、既に光量が半分程度になっている。

微量酸素導入によるフラックスの変化

本研究の動機及び目的

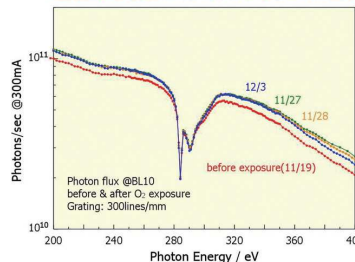
- ・光学素子洗浄後のフォトンフラックスの測定結果からもわかるように、光学素子の表面汚染は既に始まっているが、大掛かりな洗浄作業を頻繁に繰り返すのは、必要なコストや手間の面から現実的ではない。
- ・最近、KEK-PFの豊原らによって光学素子の真空槽内に酸素ガスを導入した上で、シンクロトロン光の00次光(非分光)を照射することで炭素由来の汚れを除去した例が報告された(J.Synchrotron Rad., 19, 722 (2012))。
- ・この報告には、継続的に微小粒の酸素導入を行うことによって炭素汚染を抑制することが出来ることと記載もあり、SAGA-LSのビームラインにおいても同様なことが出来る導入機構を準備し、長期間にわたってその効果を検証することにした。

微量酸素導入機構(M1)



微量酸素導入機構は、光学素子真空槽に取り付けたヴァリアブルリーク/VLブと、酸素を封入した(〜0.5MPa)シリンダー、ガス補充用の分岐経路、等で構成される。

微量酸素導入前後でのフォトンフラックスの変化



酸素導入前後のフラックス(回折格子300line/mm)を示す。数日間わたって酸素導入量とフラックスの変化を調べた。O₂導入量はそれぞれ1e-8Pa(11/27)、5e-8Pa(11/28)、1.5e-7Pa(12/3)程度とした。

- ・結果とまとめ
SAGA-LS BL10の光学素子真空槽に微量酸素導入機構を設置し、導入ガス圧の条件を変えて炭素吸収峰付近のフラックスに変化が現れるかを調べた。
- ・結果としては、炭素吸収峰近傍には特に大きな変化は見られなかった。酸素の導入によって汚れが除去できる条件は、10⁻²~10⁻³Paと書かれており、今回の条件でさほど変化が見られなかったのは想定内であったが、何故か全体的なフラックスが少しだけ改善されており、それが炭素の影響なのかは不明である。
- ・今後の予定
継続的な酸素導入を行う際の、圧力条件を決定し、光学素子汚染を抑制する効果がみられるかどうかデータを蓄積していく。
- ・また、できるだけ酸素導入量を増やした条件下での炭素汚染の除去についても試す。