

SAGA-LS BL10 の現状

吉村 大介

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

九州シンクロトロン光研究センター(SAGA-LS)の軟 X 線ビームライン BL10 では、アンジュレータを光源とし、可変偏角型不等刻線間隔平面回折格子分光器を用いて、光電子顕微鏡(PEEM)、角度分解光電子分光(ARPES)、全電子収量法による軟 X 線 XAFS 等の実験を行うことができる。

本発表では、2018 年度に行ったビームラインに関する整備課題への取り組みについて報告する。具体的には、吸収分光を行う際の測定時間短縮や、より高分解能な分光器分解能の利用を目指した固定偏角モードでの分光器制御についてや、エネルギースキャンをしながら PEEM 像の取得を自動的に行うためのプログラムの開発などについて報告する。

SAGA-LS BL10の現状

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



概要

九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS) の軟X線ビームラインBL10では、アンジュレタを光源とし、可変偏角型不等刻線間隔平面回折格子分光器を用いて、光電子顕微鏡 (PEEM)、角度分解光電子分光 (ARPES) の実験を行うことができる。また、全電子収量法による軟X線XAFS等の実験にも対応可能である。

本発表では、2018年度に行ったビームラインに関する整備課題への取り組みについて報告する。具体的には、吸収分光を行う際の測定時間短縮や、より高分解能な分光器分解能の利用を目指した固定偏角モードでの分光器制御、エネルギー स्कаныをしながらPEEM像の取得を自動的に行うためのプログラムの開発、吸収測定の際に問題となる光強度の安定性調査について報告する。

BL10の分光器及びアンジュレタ制御の概要

BL10/BL12の分光器について

BL10: アンジュレタ光源、“可変” 偏角型不等刻線間隔平面回折格子 (300, 1200lines/mm) 分光器
BL12: ベンディングマグネット光源、“定” 偏角型不等刻線間隔平面回折格子 (600lines/mm) 分光器、偏角は3段階切替式

BL10でのエネルギー स्कаныでは、各点ごとにアンジュレタギャップ/回折格子角/偏角ミラー角の3つを制御する必要があるのに対し、BL12では回折格子角のみ制御すれば良い。但し、制御が複雑な代わりにBL10の方が高精度/高分解能なビームラインとなる。

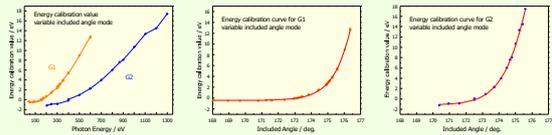


アンジュレタギャップとエネルギーの対応

ギャップ対エネルギーの関係は、ギャップごとの磁場測定値から計算されたものをベースとしており、実際にはギャップ値の補正が必要となる。例えば300eVを出す場合、300eVの1次光/100eVの3次光/60eVの5次光/43eVの7次光という複数のパターンが存在し、それぞれの場合について補正値も微妙に異なる。なお、現状では電流モニタを見ながら50μm単位で手動補正を行っている。

分光器のエネルギー校正

エネルギー校正に関しては、BL12ではエネルギーと回折格子角度が一对一対応するため単純である。BL10の場合はより複雑で、回折格子と偏角ミラーは同期して動作し、常に理論最適偏角での分光条件を達成する(可変偏角モード)が、実際には微妙な光学アライメントのずれ等に起因する偏角/回折格子角の誤差が発生し、エネルギーの誤差や分解能の低下につながっている。これを補正する時、エネルギー補正値自体は実験的に決めた偏角の関数として記述できる(下図)。しかし、あるエネルギーに対して補正値を適用すると、それによって偏角が変わってしまうため、理論値からのずれが生じる。この問題については再帰計算によって真値に近付ける処理を行っている。



BL10分光器(可変偏角モード)におけるエネルギー校正曲線

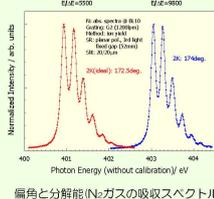
分光器の固定偏角モード検討

上で述べたようにBL10の分光器ではエネルギー स्कаныを行う際に駆動する機器が多いため、どうしても測定時間が長くなってしまふ。測定を高速化し、スループットを上げるにはどうすればいいの? なるべくアンジュレタも偏角ミラーも動かさないようにすればよい。実際にアンジュレタ及び偏角を固定した場合/動かした場合の測定時間の変化を調べた結果を右に示す。放棄領域での स्कаныで、3次光を使用、他は典型的な測定条件を用いた。

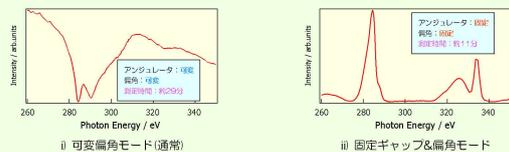
固定偏角モードのメリット/デメリット

メリット: 測定時間の短縮。
また、理論値より大きな偏角を設定することで、より高分解能な分光ができることが分かっている。(右図: 2017年度成果報告より)

デメリット: 最適偏角から条件がずれると、急速に分解能が悪化することが予測される。但し、実際の評価は校正点が限られるため難しい。
また、通常とは分光器の条件が全く異なるため、エネルギー校正を一からやり直す必要がある。

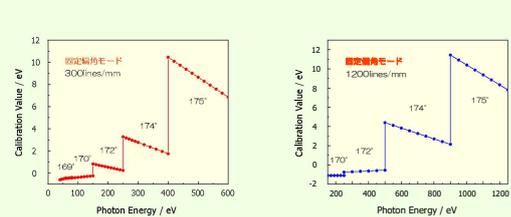


偏角と分解能(Naガスの吸収スペクトル)



各モードでの測定結果から
i) 通常のモード。BL12の程度での測定時間を要する。
ii) 固定ギャップ/固定偏角モード: スキャン時間は、ii) に比べ約半分になるが、光の次数にもよるがアンジュレタ光の分布幅は数~十eVしかないため、吸収分光の測定範囲を固定ギャップではカバーすることはできない。ちなみに左側のピークが3次光である。
iii) 可変ギャップ/固定偏角モード: 約3割の測定時間短縮。

固定偏角モード用測定プログラムの作成とエネルギー校正



BL10固定偏角モードにおけるエネルギー校正

固定偏角モードにおいては、これまでとは分光器の条件が全く異なるため、改めてエネルギー校正を行う必要がある。

分解能の大きな低下を避けるため、1~2° 間隔の偏角に対して、対応するエネルギー範囲を割り当てた(下表)。

エネルギー校正はAu 4fの光電子ピーク位置から決定し、その結果は左図に示す様になった。また、既存のエネルギー स्कаныプログラムを改修して、固定偏角モードの測定に対応できるようにした。

固定偏角モードにおけるエネルギーと偏角の対応表

Grating	2K	169°	170°	172°	174°	175°	176°
300L		40-60eV	60-80	80-150	150-250	250-400	400-600
1200L		-	150-250	250-500	500-900	900-1250	1250-



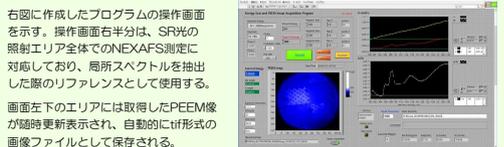
固定偏角モード用エネルギー स्कаныプログラム

PEEM測定のためのエネルギー स्कаны対応

PEEM像取得用エネルギー स्कаныプログラムの作成

これまでPEEM像のエネルギー स्कаныを行う際には、像調整や画像取得をOCDカメラ付属のソフト(CamWare)で行い、エネルギー移動は各点ごとに手動でエネルギー設定プログラムを操作するという方法で行っていた。

この方法では、取得した像とエネルギーの対応付けに手間がかかる上に、数十~数百点になる測定点を手動操作するため、非常に効率が悪かった。そこで、2つのプログラムを統合して測定操作の自動化を行うことにした。



PEEM像エネルギー स्कаныプログラム操作画面

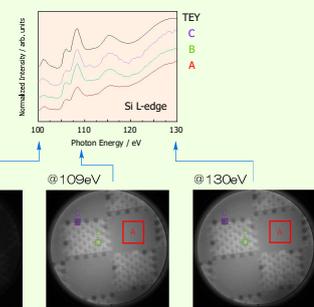
局所NEXAFSスペクトル抽出テスト

Si上のAuテストパターンを用い、局所NEXAFSスペクトル抽出のテストを実施した。エネルギー स्कаныによってPEEM像のコントラストが右図下側の様に変化した。

右図上側には、PEEM像内の記号で示した領域の強度をNEXAFSスペクトルとして抽出したものを示す。吸収測はSi-L端である。また、TEYはSR光が当たったエリア全体のスペクトルを示す。

領域ごとのスペクトルには、ほとんど差が表れていないが、スペクトル抽出自体はうまくできた。
また、領域BとCは同じAuに対応するにもかかわらず、コントラストの出方がおかしい。これは試料表面の汚れやSiとの反応等の影響によるものではないかと考えられる。

PEEMから抽出した局所NEXAFSスペクトル



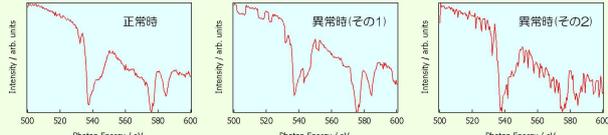
PEEM像(Si)上のAuパターン)

光源由来の光強度不安定さの調査

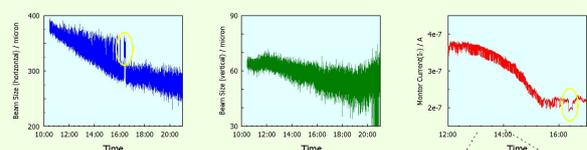
光強度不安定さの観測例と測定への影響

BL10ではBL建設当初より、光強度の不安定な変動がしばしば観測されてきた。下図に観測例を示す(酸素K吸収線付近)。左が正常な状態、中央と右は異常が観測されたときの結果である。異常時の強度変化のタイミングや長さ等がまちまちで、吸収ピークの形が本来のものなのか分からなくなる。また、いつ症状が出るか全く分からず、症状が出た場合は測定は不可能である。

BL側の検出器系や水冷系、振動等の影響などを調査したが、原因となるような現象は見えず。同一測定条件下で同一検出器に発生していることもあり、光源側由来であると考えているが、BL側からは状況がわからない。症状が出た時に、光源Gや他のBLに確認を依頼することもあり、対応するような異常を見つけられていなかった。2019年に入ったくらいからBL12でも現象が確認されるようになり、これについては光源Gも確認済みである。これについては、今後も状況を注視していく。



光強度モニタと光源ビームサイズの観測



0次光モニターまで通して終日電流値をモニタした結果と、光源のビームサイズ(水平及び垂直方向)のデータを示す。観測日は2019/3/11である。垂直電流値の減少に伴って、ビームサイズはばらつきを増しながら減少していく。この日は11:00頃~16:30頃までの間で、水平方向のビームサイズが通常よりも明らかにばらつきが顕著で、この影響での電流値は激しく揺らぎている。特に対向領域がかなりやすい箇所(16:30頃)を興味を示す。この後、水平方向のビームサイズは落ち着き、電流モニタの値も通常に戻る。垂直方向のビームサイズは、水平方向と相関せず、20時過ぎからおかしい変動を示すも、モニタ電流への影響はあまりなかった。