

2 県有ビームライン

岡島 敏浩 九州シンクロトロン光研究センター

第1期計画として整備された3本の県有ビームライン（BL09、BL12、BL15）は2006年2月17日の開所以来、順調に稼動している。これらビームラインでは、いずれも偏向電磁石を光源に使用している。以下に各ビームラインの詳細について示す。

1. BL09

BL09は単色器を設置することなく白色光を利用可能なBL09Aと瀬谷一波岡分光器を設置し10～50eVの真空紫外光を利用可能なBL09Bの2つのブランチで構成されている[1, 図1]。いずれもビームラインの末端は図2に示したクリーンルームの中まで引き込まれており、クリーンな環境下での実験が可能である。クリーンルーム内は2つの部屋に分かれ、それぞれが独立に実験を行うことが可能である。白色光の利用が可能なBL09Aは、蓄積リングからの高エネルギー放射線がクリーンルームの中に入ってくることから放射線使用室に指定されている。



図1 BL09の概観



図2 BL09に設置したクリーンルーム

図3はBL09Aに設置された汎用チャンバーである。チャンバー内はHeガスを満たすことが可能で、放射線の照射により加熱された試料をガスの対流により取り除くことが可能である。図4はこの照射チャンバーを用いて住友電工との共同研究により得られた微小歯車である。このほかに照射実験では、レジストの加工や難加工材料であるポリフルオロエチレンの加工などが行われている[2,3]。2007年度は、白色光を利用した微細加工や結晶化技術の研究が行われた。さらに、放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金により、X線利用計測技術高度化のための試験研究を実施するために、白色トポグラフ試験装置の導入と試験を行った。図5は本試験研究を行うために導入した装置の概観である。



図3 汎用照射チャンバー

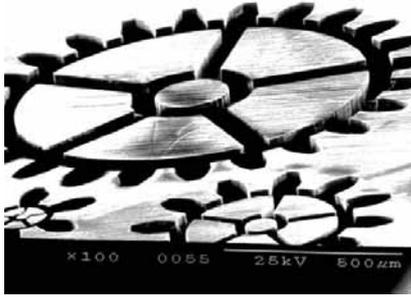


図 4 汎用照射チャンバーで製作された微小歯車



図 5 2007 年度の放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金で整備した白色トポグラフィ試験装置

BL09B では、2006 年度、2007 年度において、佐賀大学－九州大学－佐賀県の 3 者による連携融合事業を実施するために九州大学の成膜装置が持込まれ、主に調整が行なわれた。

2. BL12

BL12 は定偏角型不等間隔平面回折格子を用いた単色器が設置され、40～1500eV 程度までの軟 X 線領域の放射光が利用可能である[4]。図 6 にビームラインの概観を示す。当初の設計では上限のエネルギーは 1200eV とされていたが、ビームラインスタディにより、1500eV 程度までエネルギーを利用が可能であることが確認された。また、実測された実験装置位置での Photon Flux のエネルギー依存性を図 7 に示す。放射光のビームパスは実験装置も含め全て超高真空下に置かれている。実験装置には光電子分光装置と軟 X 線吸収分光装置（図 8）が設置されており、放射光の入射エネルギーを変化させ

ながら光電子スペクトルを測定する深さ方向分析や X 線吸収スペクトルの偏光角度依存性を測定することによる基板上有機分子の配向測定などを行うことが可能である。



図 6 BL12 の概観

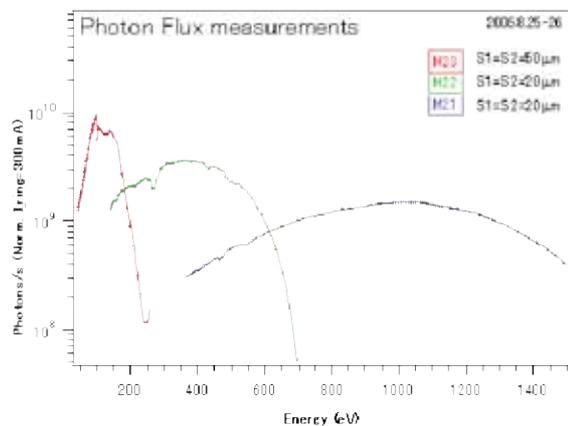


図 7 BL12 で実測された Photon Flux の光エネルギー依存性



図 8 BL12 に設置された X 線光電子分光装置（左）と 2006 年度に新たに整備された X 線吸収スペクトル測定装置（右）

2006 年度前半は、光学素子の光焼出しのためユーザー利用は行われなかった。後半は、光電子分光や X 線吸収分光のユーザー利用が行なわれた。福岡大学の研究グループにより製作され、軟 X 線領域での溶液の XAFS 測定が可能な実験装置（図 9）がビームライン末端に接続され、調整実験が行われている。一方、新しい軟 X 線吸収分光装置（図 8 参照）が導入され、それまで不可能であった放射光の偏光角度依存性測定による基板表面での分子配向等の測定が可能となった。



図 9 溶液の吸収スペクトルを測定するために開発された軟 X 線吸収分光装置

2007 年度からはビームラインの本格的な利用が開始され、ユーザーによる X 線光電子分光法や X 線吸収分光の測定が定常的に行われるようになった。一方、ビームラインに混入し、測定データの質を悪化させる原因となる高次光の除去と入射光のシャッターを兼ねた調光装置（図 10）がビームライン輸送部に設置された。さらに、放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金により、軟 X 線利用計測技術高度化のための試験研究を実施するために、高効率蛍光 X 線検出器（SDD）の導入が行なわれ（図 11）、これまで困難であった絶縁物等、測定試料中に電気を流しにくい材料の測定が可能となった。



図 10 BL12 に設置された調光装置の概観



図 11 2007 年度の放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金で整備した高効率蛍光 X 線検出装置（SDD）

3. BL15

BL15 は 2 結晶分光器が設置され、分光結晶に Si(111)を用い、2.1~23keV 程度の X 線を利用することのできる硬 X 線ビームラインである [5]。当初予定の光子エネルギーの上限は 14.2keV から 23keV へ引き上げることが可能となった。図 12 にビームラインの概観を示す。X 線を利用する実験装置は鉄板で囲われた実験ハッチの中に設置されている。ビームラインには Rh をコーティングしたベントシリンドリカルミラーが設置され、X 線を縦横 2 方向で集光することが可能である。通常の利用では、放射光のミラー表面からの入射角度は 4mrad で行い、実験ハッチ後方に設置した X 線小角散乱用検出器表面に集光点を置いている。入射角度とミラーの曲率を変えることにより、他の実験装置の設置場所に集光させることが可能である。ミラーを使う場合、使用できる X 線のエネルギーの上限は 14keV 程度である。これよりも高エネルギーの X 線を利用する場合には、利用でき

る X 線の強度は弱くなるが、ミラーを光軸より退避させることによって可能となる。実測された実験装置位置での Photon Flux のエネルギー依存性を図 13 に示す。ビームラインでは、XAFS、蛍光分析、粉末 X 線回折、表面 X 線回折、X 線小角散乱等、X 線を利用した様々な実験が行えるようになってきている。



図 12 ビームラインの概観

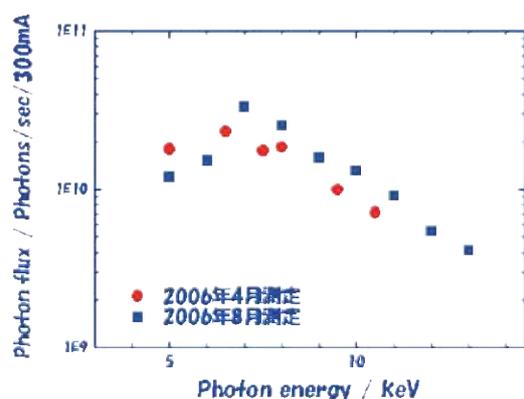


図 13 BL15 で実測された Photon Flux の光エネルギー依存性

ビームラインでは供用開始時から XAFS、蛍光 X 線分析が行われている。XAFS 測定は 2006 年度当初までは透過法による測定のみであったが、微量元素や重元素を含む材料の XAFS 測定に対応するため蛍光法での XAFS 測定が行えるよう Lytle 検出器 (図 14)、高効率蛍光 X 線検出器 (図 15) の 2 種類の蛍光 X 線検出器が 2006 年度に導入された。さらに、実験ハッチ内に設置された実験装置を用いて X 線反射率測定、X 線回折の実験が行えるよう整備や調整実験が進

められた。これら調整実験の結果を踏まえ、多軸回折計を用いた表面 X 線回折が容易に行なえるよう、ソーラースリットや光軸調整自具等の整備が行なわれた。さらに、小角散乱実験用のステージ (図 16) と粉末 X 線回折を行なうための機器 (図 17) の整備も行われた [6,7]。



図 14 Lytle 検出器の概観



図 15 高効率蛍光 X 線検出器



図 16 BL15 に設置された X 線小角散乱用ステージ



図 17 BL15 に整備された粉末 X 線回折装置

2007 年度は XAFS、蛍光 X 線分析のほかに、X 線回折や X 線小角散乱の測定においてもユーザー利用が始まり、順調に利用が伸びていった。一方、放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金により、X 線利用計測技術高度化のための試験研究を実施し、回折イメージング装置の導入と試験、多軸回折計装置の導入と試験を行い、試験研究に必要な解析ソフト類の整備を行った。図 18 に導入した回折イメージング装置の概観を示す。ビームラインでは X 線を用いた様々な測定が行えるようになってきているため、これら装置は常設のものではなく、実験に応じ必要なときに組立、調整、およびそれを用いた研究が行われている。2007 年 8 月に X 線のシャッターに用いられている下流シャッター (DSS) のベローズ部分から真空漏れが発生した。DSS の規格を SPring-8 と同じにしていたため、同型機を SPring-8 から借用し、直ちにビームラインの復旧が行なえたことから、ユーザー利用への影響を最小限に抑えることができた。その後、DSS の予備品を購入し、不測の事態に備えている。



図 18 2007 年度の放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金で整備した回折イメージング装置

以上、示してきたように県有ビームラインでは、ユーザーフレンドリーなビームラインを目指し、ビームラインや計測技術の向上のために機器等のハードウェアの整備やソフトウェアの整備を進めている。一方、放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金などの資金を活用し、ビームライングループのスタッフが主体となって将来を見据えた放射光の新規計測技術の開発を行なっている。

参考文献

1. T. Tanaka, *et. al.*, "Design of beamline BL9 at Saga Light Source", AIP Conference proceedings (Proceedings of the 9th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation) **879**, 559 (2007).
2. Q. GUO, *et. al.*, "Growth Properties of Polytetrafluoroethylene Films by Synchrotron Radiation Ablation", Jpn. J. Appl. Phys. **46**, 6782 (2007).
3. 石地ら, "SAGA-LS での X 線リソグラフィによる微細加工の現状", 第 21 回日本放射光学会年会・放射光合同シンポジウム, 14P108.
4. M. Kamada, *et. al.*, "Soft X-ray Beamlines for Industry application in Saga", AIP Conference Proceedings

- (Proceedings of the 9th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation) **879**, 623 (2007).
5. T. Okajima, *et. al.*, “The Design and Performance of Beamline “BL15” at Saga Light Source”, AIP Conference Proceedings (Proceedings of the 9th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation) **879**, 820 (2007).
 6. 石地ら, ”BL15における小角X線散乱システムの立ち上げと性能評価実験”, 2006年度九州シンクロトロン光研究センター研究会報告会(鳥栖)予稿集, 41.
 7. 大谷ら, ”SAGA-LS BL15における粉末X線回折システム構築の試み”, 第21回日本放射光学会年会・放射光合同シンポジウム, 13P120.