

PF BL-11D 可変偏角分光器のフォーカス調整

羽多野 忠
東北大多元研

Photon Factory (PF) のBL-11Dは、2010 年から真空紫外線・軟X線光学素子評価専用ビームラインとして運用されている。実験ステーションにはフォトダイオードを検出器とする反射率計が設置され、曲面多層膜ミラーの反射率計測に十分小さなサイズでビームが供給されている。分光器は可変偏角型で等間隔溝球面回折格子を用いており、偏角と出射角を変える駆動機構が備わっている。曲面ミラーの反射率評価ではエネルギースキャン測定で膜厚を評価することが一般的であるが、その用途には十分な分光器駆動方法が整備されていなかった。東北大多元研のグループは、本来の分光器設計思想に則った駆動アルゴリズムを提案するとともに、実際の分光器でデフォーカス除去調整を行っている。デフォーカス除去方法は次の通りである。後置集光鏡の下流に、反射率計に向かうビームの集束角度を制限するスリットが設置されている。この場所の鉛直方向の位置が回折格子の刻線の並び方向、いわゆる w 座標と一対一対応するので、集束角度制限スリットの調整によって回折格子の場所を $w > 0$ と $w < 0$ に分けて分光計測できる。2つのスペクトルの相対的なずれ量からデフォーカス量がわかるので、それを打ち消す方向に偏角と出射角を調整する。例えばNiの L_3 吸収スペクトルでは 850 eVでデフォーカスによるエネルギー分解幅を 0.1 eV に抑えた。これは通常の使い方での分光器出射スリット幅によるエネルギー分解幅より 1 桁小さい。フォーカス調整を通して分光器設計パラメーターの補正を行い、使用領域全域でエネルギー精度 0.1%の分光器駆動を実現したい。

(メモ)

PF BL-11D 可変偏角分光器のフォーカス調整

東北大多元研・先端計測開発センター軟X線顕微計測研究分野
羽多野 忠

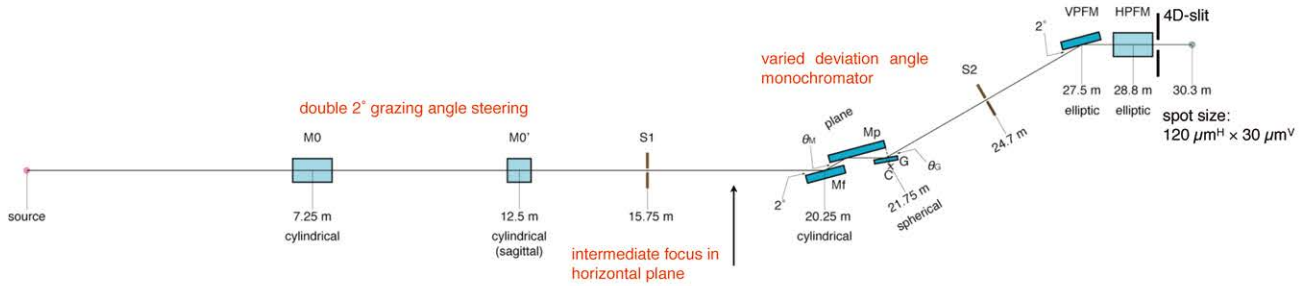


図1. PF BL-11D ビームライン光学系

1. はじめに

Photon Factory (PF) のBL-11Dは、真空紫外線・軟X線光電子分光専用ビームラインとして2000年に利用が開始された[1, 2]。2010年からは光学素子評価専用ビームラインとして運用されている。実験ステーションにはフォトダイオード (PD) を検出器とする反射率計が設置され、曲面多層膜ミラーの反射率計測に十分小さなサイズでビームが供給されている。光学系全体の概略を図1に示す。入射スリットS1から集光鏡Mf、平面鏡Mp、回折格子Gを経て出射スリットS2に至る部分が分光器に該当する。分光器の特徴は「等間隔溝球面回折格子」、「可変偏角」、「負入射長—正固定出射長」である。Gには曲率半径 $R = 55.21$ m のG1と曲率半径 $R = 22.945$ m のG3の2つが搭載されている。いずれの刻線密度も 2400 lines/mm である。Mpは、Gの裏面付近にある回転軸を中心として回転し、Gの偏角を変化させると同時に入射長を変化させる。Mp回転とG回転の2つの自由度を使って指定波長をS2に集束させる。曲面ミラーの反射率評価ではエネルギーキャン測定で膜厚を評価することが一般的であるが、その用途には十分な分光器駆動方法が、光電子分光専用であった期間には整備されていなかった。東北大多元研のグループは、本来の分光器設計思想に則った駆動アルゴリズムを提案し、フォーカス調整を通して分光器設計パラメータの補正を行い、使用領域全域でエネルギー精度0.1%の分光器駆動を実現したい。

- [1] Photon Factory Activity Report 1997 #15 A101 (1998).
- [2] Photon Factory Activity Report 2000 #18 A69 (2001).

2. 設計上の分光器駆動

回折格子の入射角 α 、出射角 β について一般的な定義を採用する。このとき α は90°より小さい正の値、 β は-90°より大きい負の値をとる。指定波長に対して、 α と β を回折次数+1で回折格子の式およびデフォーカス収差係数を0とする条件を同時に満たすように選ぶ。

$$\sin\alpha + \sin\beta = \frac{\lambda}{\sigma}, \quad \frac{\cos^2\alpha}{r} + \frac{\cos^2\beta}{r'} = \frac{\cos\alpha + \cos\beta}{R}$$

ここで、 σ はG1とG3に共通の刻線間隔で $\sigma = 2400^{-1}$ mm である。 r はGの入射長であり、Mf-Mp-G距離からMfの出射長を引いた負の値の長さである。 r' はGの出射長であり、G-S2距離の値 2950 mm に固定する。

Mfは設計曲率半径 128.9418 m の円筒鏡で、4500 mm 上流のS1から発散してくる光を斜入射角2°で反射して 4500 mm 下流に集光する。この集光位置はS2の位置より 50 mm 上方かつ 50 mm 下流に当たる。MfからMpに向かう光軸は水平より4°上昇している。この方向とMp表面が平行な配置をMpの角度原点とすると、Mpの斜入射角はMpの回転角 θ_M に一致する。Mpによる反射によってMfの集光点はS2の下方に移動する。移動先の座標はMpの回転角 θ_M の関数として記述できる。したがって入射長 r と偏角 $p = \alpha - \beta$ が θ_M の関数として記述できる。GからS2に向かう光軸も水平より4°上昇している。この方向とG表面が平行な配置をGの角度原点とすると、90° + β がGの回転角 θ_G に一致する。

以上により、上の2式はMp回転角 θ_M 、G回転角 θ_G 、波長 λ および定数で書き換えることができる。入射長 r と入射角 α が θ_M のあまり単純ではない関数なので、 λ を与えて θ_M と θ_G について解くよりも、 θ_M を与えて θ_G と λ について解くほうが容易である。 R に 22.945 m の値を代入してG3使用時、 R に 55.21 m の値を代入してG1使用時の $(\theta_M, \theta_G, \lambda)$ の組を計算した。横軸に光子エネルギー、縦軸に θ_M, θ_G をとって計算結果を図2に示す。それぞれのグラフで、グレーで表示したエネルギー領域はその回折格子がカバーしなくてよいとされている範囲を示す。

一方、現在のビームライン光学系が建設されてから光電子分光ビームラインとして使用されていた期間中は、光電子分光データを基にしたフォーカス調整および波長較正が行われてきた。回転エンコーダー原点を基準とするG回転角 θ_G を光子エネルギー E のべき級数で近似し、回転エンコーダー原点を基準とするMp回転角 θ_M を θ_G のべき級数で近似する。最近使用されている θ_G と θ_M の例を図3に示す。G3で5次式、G1で4次式が使用されていた。図2と比べて3程度下にシフトしているのは、角度原点が光軸を基準にとってあるか回転エンコーダーを基準にとってあるかの違いによる。問題は、200 eV - 300 eVおよび 700 eV以上の領域で、G3とG1のどちらを選択しても正しい曲線に沿っていないことである。今後BL-11Dを光学素子評価ビームラインとしてユーザーに公開

するには、使用エネルギー領域全域で分光器を正しく機能させることが必要である。近い将来、図2の分光器駆動を現実のパラメータに合わせて修正して使用すること、および、当面は図3のべき級数近似方式で近似範囲を使用エネルギー領域ごとにずらして使用することを目的として分光器のフォーカス調整を行った。

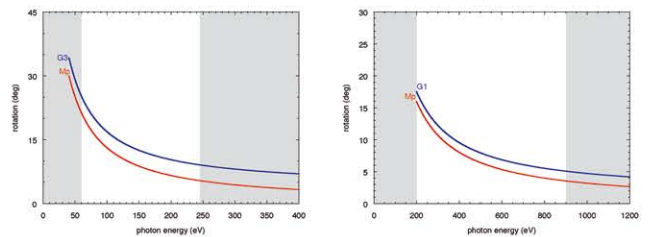


図2. BL-11D可変偏角分光器のMp、G回転角設計値

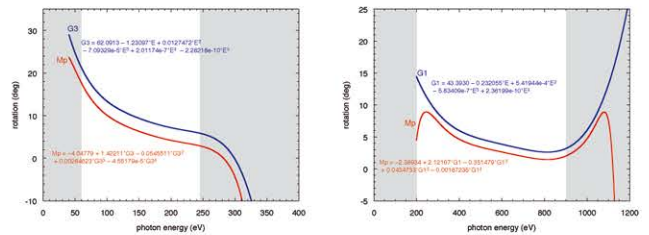


図3. BL-11D可変偏角分光器のMp、G回転角従来使用値

3. 分光器調整方法

まず未調整の分光器の特性について説明する。例として、本来 91.2 eV であるはずの Kr 3d_{5/2}-1 → 5p 吸収が、分光器駆動プログラムの指示値が 98.6 eV のときに観測された例を取り上げる。このとき、G3で回折されてS2から出てくる光のエネルギーを、G3上の回折された場所で分解してグラフに表したものが図4である。G面の溝に平行な方向に l 座標、溝に垂直な方向に w 座標をとり、ここでは w 依存性のみを取り上げる。光軸上流に近づく方向が正となるように w 軸の方向をとる。理想の分光器では、図4の黒の直線で表されるように、回折格子のどの場所で回折された成分も分光器の指示値 98.6 eV に一致するエネルギーを持つ。分光器の入射スリット幅と出射スリット幅によって発生する有限のエネルギー幅を、ここでは曲線の太さに等しいとする。G回転角が想定よりも正方向に0.3°ずれた場合、青の曲線のように、 w によって異なるエネルギーが出力され、全体で 0.85 eV 程度の幅を持つ。かつ曲線全体が分光器指示値と異なる 91.2 eV 付近に位置する。曲線が傾いていること、すなわちS2を通る光線のエネルギーが集束角依存性を持っていることは、言い換えると、単色光の集束する位置がS2より前後にずれていることと同じで、デフォーカス収差係数が0でないことに対応する。 $w = 0$ におけるエネルギーが分光器指示値に一致しないことは回折格子の式を満たしていないことに対応する。

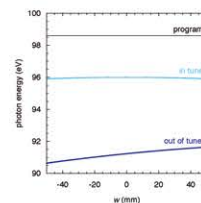


図4. G上の座標による光子エネルギーの変化の例

ずれるの原因がGであるという情報がないとき、Mpの回転角を適度にシフトしてデ

フォーカスを除去しようとしたとする。このとき、水色の曲線のように傾きのないエネルギー分布が得られる。両端に見られるエネルギーのずれはデフォーカス収差よりも次数の高い収差のために発生するので調整作業の対象ではない。傾きのない水色の曲線の高さを黒の直線に重ねる調整は、いわゆる「波長校正」であり、一般的にどの分光器でも行われる作業に相当する。

デフォーカスを除去するMp回転角のシフト量の求め方は以下の通りである。図5にG-S2から後置鏡VPFM、HPFMを経て反射率計中央の集光点に至る光路の模式図を示す。概ね、図1の右側半分に等しい。Gの $w > 0$ の領域を通る光線を赤で、 $w < 0$ の領域を通る光線を緑で表示した。4D-slit_{BTM}で緑の光路を遮ったり4D-slit_{TOP}で赤の光路を遮ったりするとG面での w 座標を区別して分光測定できる。赤の光路と緑の光路についてどちらのエネルギーが高いかによってデフォーカスの方向がわかるのでMp回転角をどちらにシフトさせれば良いかわかる。赤の光路と緑の光路でエネルギー差が識別できなくなったとき、デフォーカスが除去できたみなす。

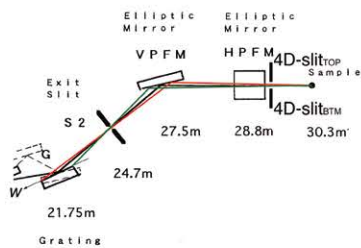


図5. BL-11D後置鏡前後の光路の模式図

4. 100 eVでの調整

反射率計検出器ホルダーにIRD社のPD、AXUV100Si/Zrを装着して 100 eV 付近で出力スペクトルを測定した。分光器の条件は回折格子G3、入射スリットS1: 20 μm 、出射スリットS2: 11 μm 、G3、Mr駆動関数は図3左の通りであった。結果を図6の●で示す。検出器の表面にコーティングされた厚さ100 nmのSiによる $L_{2,3}$ 吸収と考えられる段差が 110 eV 付近に観測された。粗いフォーカス調整とエネルギー較正の後に、4Dスリットでビーム上方80%、下方10%をカットして図5の緑の光路で同様の測定を行い図6▼の結果を得た。続いてビーム上方20%下方70%をカットして図5の赤の光路で同様の測定を行い図6▲の結果を得た。吸収端の位置は前者のほうが 0.2 eV 高かった。これは、同じG3回転角では $w < 0$ の領域を通る緑の光路のほうが $w > 0$ の領域を通る赤の光路よりもエネルギーが低いことを意味し、図4の青の曲線と同じ方向のデフォーカスが残存していることがわかる。ここからMp回転角を -0.25° シフトすると 0.2 eV の差が 0.01 eV まで縮まった。さらにMp回転角を -0.01° シフトして測定した結果が図6の▲と▼である。▼のプロットはほぼ完全に▲の下に重なっている。また、低分解能では見られない L_3 吸収と L_2 吸収の間の極大が観測できた。

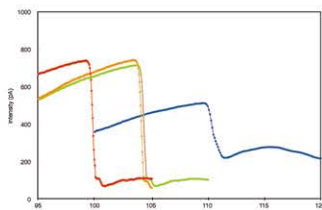


図6. AXUV100Si/Zr PDを用いて測定した100 eV付近の分光器出力スペクトル

5. 450 eVでの調整

回折格子G1がカバーするエネルギー領域で、分光器を調整せずに測定した出力スペクトルを図7に●で示す。検出器はIRD社のPD、AXUV100Ti/Zr/AIである。検出器の表面にTi、Zr、Alがそれぞれ厚さ250 nm、100 nm、100 nmコーティングされている。厚いTiの $L_{2,3}$ 吸収が 570 eV 付近に現れた。また、ビームライン光学系の汚染に由来するC K吸収が 360 eV 付近に見られた。エネルギーがずれた原因がG1角度またはMp角度のずれだとすると、同時にデフォーカスにより分解能低下が発生しているはずであるが、その量はこのエネルギースキャンのステップ幅 2 eV の2 - 3倍と見積もられ、スペクトル形状に顕著に現れることはない。250 eV に見られるピークと低エネルギー側への減衰の様子は図3右の 250 eV 以下に顕著に現れている4次関数駆動の近似範囲から外れたことに由来する。

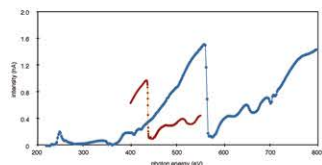


図7. AXUV100Ti/Zr/AI PDを用いて測定した未調整の分光器出力スペクトル

Mp角度シフト量を 0.1° 刻みで変化させる粗調整により●の分光器出力スペクトルを得た。ステップ幅は0.2 eVであった。Ti L_3 吸収の吸収段差が、調整前は 6 eV の幅を持っていたのに対し、Mpシフト後は 2 eV の幅と、1/3倍程度に狭くなったことがわかる。このスペクトルをG1の $w > 0$ と $w < 0$ 、すなわち図5の赤の光路と緑の光路に分けて測定した。結果を図8に▲および▼で示す。0.5 eV の差が残っていることがわかった。

ここからMp角度シフトを 0.01° 精度で調節した。調整後のスペクトルを図8に▲および▼で示す。デフォーカス収差によるエネルギー幅が 0.1 eV に抑えられたことがわかった。デフォーカス除去作業後、Ti L_3 とTi L_2 の吸収ピークがそれぞれ 459.0 eV と 465.5 eV に現れた。それらを文献値 453.8 eV、460.2 eV と一致させるために 5.3 eV シフトした。4Dスリットを全開にして全 w 成分を取込んで分光器出力スペクトルを計測した結果を図9に示す。図7と横軸の縮尺を一致させてある。3種金属の吸収スペクトルを見る限りでは分解能向上の確認には至っていない。なお、分光器のスリット幅S1: 100 μm 、S2: 60 μm で決まるエネルギー分解幅は小さい0.2 meVであり、測定には全く影響しない。

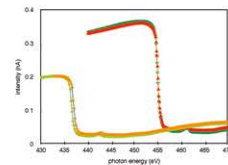


図8. フォーカス調整前後のTi $L_{2,3}$ 吸収スペクトル

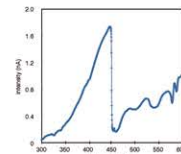


図9. 450 eVで調整した後の分光器出力スペクトル

6. 未使用領域での調整 [3]

C K 吸収端の低エネルギー側は有機物の透過率が高く、『炭素の窓』と呼ばれて応用上興味深い領域であるが、現状の分光器のべき級数近似関数駆動ではG3とG1のどちらを選択しても 200 eV - 300 eV の領域を正しく分光できていない。べき級数の係数を書き換えることによって使用エネルギー領域を変更できる。G1使用の図2右の関数を 250 - 300 eV の範囲に限定して4次べき級数で近似し、分光器出力スペクトルに現れるC 1s- π^* 吸収でフォーカス調整および波長校正した。調整済みのビームラインでCr/CおよびCo/C多層膜ミラーの分光反射率評価を実施した。また、従来関数では 700 eV 以上の領域も出力できなかった。図2右の関数を 700 - 1000 eV の範囲で4次べき級数で近似し、Co、Ni、Cuの $L_{2,3}$ 吸収端を利用してフォーカス調整した。試料には窒化シリコン膜に成膜したCo/C多層膜、石英基板上に成膜したNi単層膜およびCu自立膜を用いた。Mp角度シフトを 0.01° 精度で調節し、デフォーカス起源のエネルギー分解幅を 0.2 eV に抑えた。

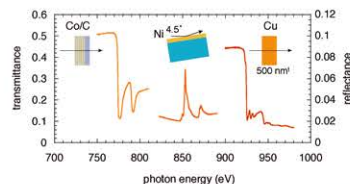


図10. Co/C多層膜、Cu単層膜の分光透過率およびNi単層膜の分光反射率

[3] T. Hatano and S. Aihara, SRI2012, TH-O-P-15 (Lyon, 15.7.2012).

7. まとめ

光電子分光から光学素子評価に転用されることとなったPFのBL-11Dにおいて、可変偏角分光器のフォーカス調整方法を確立した。これまで分光器駆動ソフトウェアの適用範囲外であったエネルギー領域でも、正しく分光された光が出力できることを示した。分光器駆動ソフトウェアの改善により設計性能の実現が期待できる。

謝辞

試料作製は軟X線顕微計測研究分野の津留俊英助教の協力の下、卒業生の原田哲男博士（現兵庫県大）、栗田雄介氏、相原翔学氏によって行われた。分光器の調整方法に関して、東北大理学部鈴木章二教授ならびにPFの雨宮健太准教授と有益な議論を行った。本研究は科学技術振興機構先端計測分析技術・機器開発事業要素技術プログラム「軟X線多層膜鏡の1 Å精度波面補正技術の開発」の助成を受けて実施された。