

1kmビームライン・コミッショニング報告

理化学研究所 播磨研究所

X線干渉光学研究室

石川 哲也、玉作 賢治

田中 義人

財団法人高輝度光科学研究センター

放射光研究所 ビームライン部門

矢橋 牧名、山崎 裕史

竹下 邦和、後藤 俊治

1. はじめに

SPring-8には3本の1kmビームライン敷設用ビームポートがあるが、最初の1kmビームライン(BL29XU)が平成12年3月に完成し、4～5月のオフライン調整を経て、6月よりビームテストを開始するはこびとなった(図1)。ここでは、ファーストビームから夏期シャットダウン開始までの短期間に行われたビームライン・コミッショニングについて報告する。

ビーム通しは6月2日から開始された。各種の準備作業の後に、実際のビーム通し作業が開始されたのは22時50分であった。ビーム通し作業の手順としては、手前のスクリーンモニターから順次追いかけていく「堅実型」をとるか、或いはとにかく一番後ろまで通してみても通らない場合には順次遡っていく「ギャンプラー型」をとるかの議論があったが、結論としてギャンプラー型で進めることとした。最初にシャッターを開けた瞬間に1km先の蛍光板が光ることを期待する向きもあったが、さすがにそこまで賭けには強くなく、アパーチャー位置調整、分光器平行性調整を行った結果23時13分にファーストビー

ムを確認した。この時点では長尺実験棟の放射線安全確認がなされていないため、全ての調整は蓄積リング棟内の実験ステーションから行われ、長尺実験棟内実験ハッチのベリリウム窓直後に置かれた蛍光板像をCRT上で観察しながら行った。このベリリウム窓は水平開口70mm、垂直開口15mmであり、光源から990mの位置に置かれているので、角度に換算すれば水平70 μ rad、垂直15 μ radとなる。最初のビーム通しでは放射線漏洩の危険性を最小限に抑えるために、アンジュレータの出力を最小にして行った。すなわち、アンジュレータギャップを50mmとし、そこでの18.7keVの1次光が用いられた。

最初のビーム通しでは、単色光の中心は二結晶分光器の平行を完全に合わせた場合には990m先のベリリウム窓の中心には居らず、平行性を10 μ radずらしてビームを下向きに出した場合にベリリウム窓の中心にビームが来た。この傾きは、ビームポジションモニターのデータにより、アンジュレータ中での電子ビームの傾きを反映したものと判断されたが、共用ビームタイム中であつたため他のユーザーに迷惑をかける可能性のある電子ビーム軌道の修正



図1 1kmビームライン(上流側から下流側を望む。先端部の建物が長尺実験棟。)

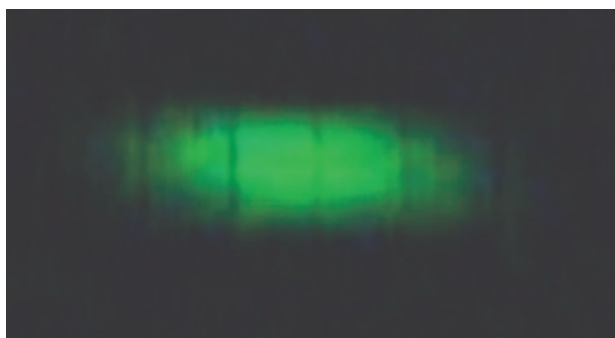


図2 CRT上で観察されたファーストビームの蛍光板像

は行わず、分光器でビーム位置を調整することによりコミショニングを続けることにした。CRTモニターで観察したファーストビームの蛍光板像を図2に示す。像は分光結晶の冷却による振動のため垂直方向に揺れていることが確認された。水平方向のビームサイズは約40mmであり、40 μ radの水平角度広がりに対応している。

アンジュレータの最大出力に対する放射線漏洩検査を6月7日に実験ホール内実験ハッチ（EH1）と長尺棟内実験ハッチ（EH2）を繋ぐ真空ダクトおよびEH2本体に関して行った。アンジュレータギャップは現状で許された最小値（9.6mm）とし、フロントエンドスリットの開口を1mm $\times$ 1mmとして検査は行われた。この結果、全ての測定点でバックグラウンドレベルであることが確認され、本格的なコミショニング開始が可能になった。

以下では、漏洩検査以降7日間の短いコミショニング期間中に得られたプレリナリな結果を紹介する。

2. 最初のデータ：木の葉の屈折コントラストイメージング

放射線検査終了後、とにかく何かを見てみようとして長尺棟玄関前の樟の葉を採ってきて、EH2のベリリウム窓の直後に置いて屈折コントラスト像を観察した。1kmハッチではビームが振動していたので、像の積分を避けるために高速シャッター付きのX線モニター（浜松ホトニクス、AA20MOD）により撮像した。モニターは試料の下流に1.2m離して設置した。図3の左側に樟の葉の一部分（3mm $\times$ 3mm）の屈折コントラスト像を、右側に試料をモニター直前に置いた吸収コントラスト像を示す。屈折コントラスト像には、細かな強いスポットが現れ、葉の中にレンズ作用をする領域が分布していることを示唆している。我々は、個々の細胞がレンズになると考えているが、まだ検討中の段階である。

3. ベリリウム屈折レンズ

1km先でのX線ビーム集光の可能性を探るために、ベリリウム屈折レンズのテストを行った。用いられたレンズはそれぞれ1.1mmの半径の6つの円柱孔と1つの半円柱孔を持つものであり、A. Q. R. Baronにより14.4keVのX線の平行化のために準備

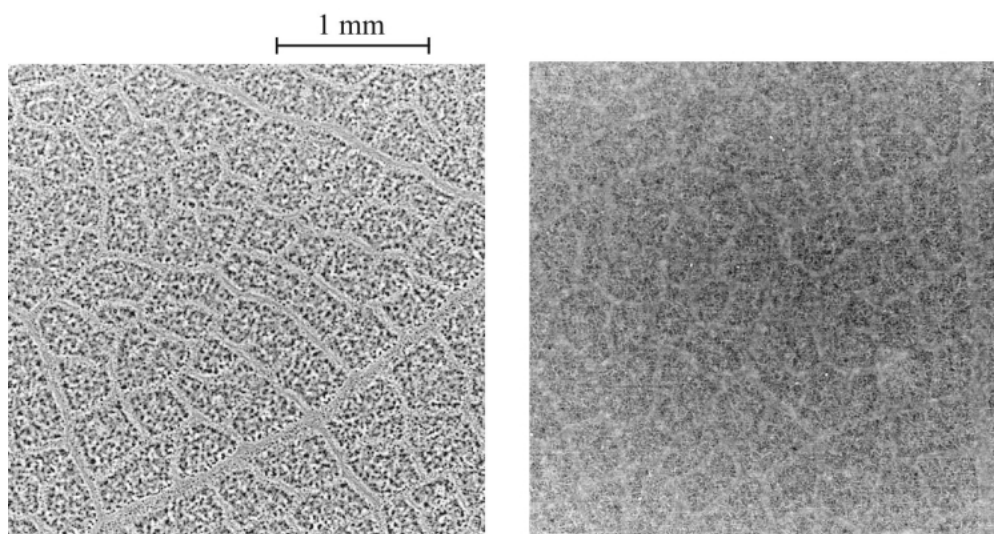


図3 樟の葉の屈折コントラスト像（左）と吸収コントラスト像（右）

されたものである^[1]。実験配置は図4に示されるように、光源から53.5m離れたEH1内にレンズを水平方向を集光するように置き、レンズから940m離れたEH2内の200 μ m幅の縦スリットを水平方向にスキャンして強度プロファイル測定を行った。強度測定用の検出器としては、シリコンPINダイオード（浜松ホトニクス、S3590-09）をスリットの背面に貼り付けて用いた。強度プロファイルは12keVから20keVの間でレンズのある場合とない場合について測定された。水平ビームサイズのエネルギー依存性を図5に示す。

を図5に示す。

EH2での水平ビームサイズは17keV付近で最小となった。このエネルギーでのレンズの有り無しのビームプロファイルを図6に示す。レンズはピーク強度を1.5倍にし、水平ビーム幅を半分にする。

4. スリットによる回折

狭いスリットによるフラウンホーファー回折プロファイルは光学系が安定な場合には空間的コヒーレンスの良い指標となる。長尺ビームラインの利点は高

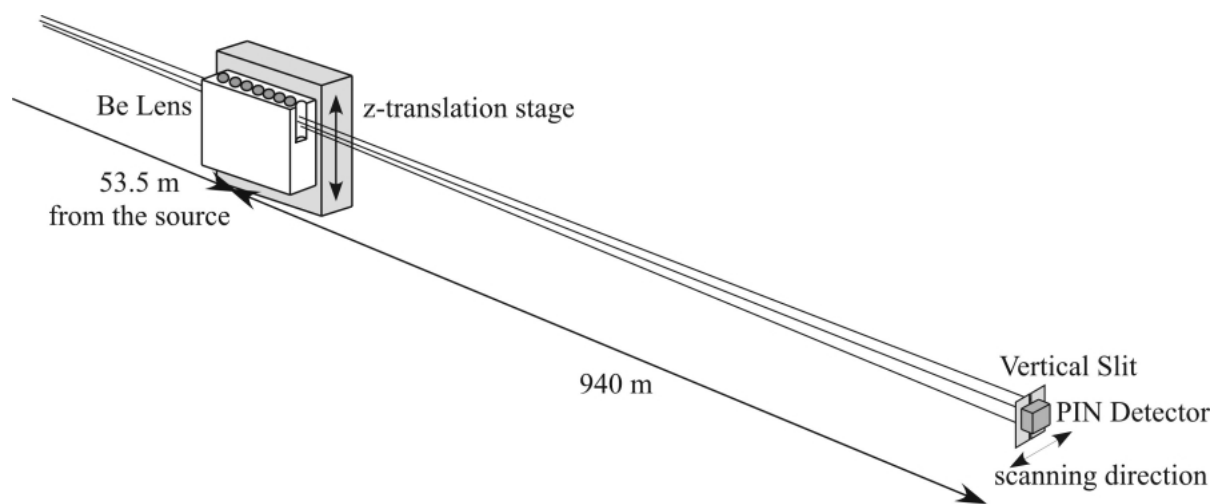


図4 ベリリウム屈折レンズでの測定配置

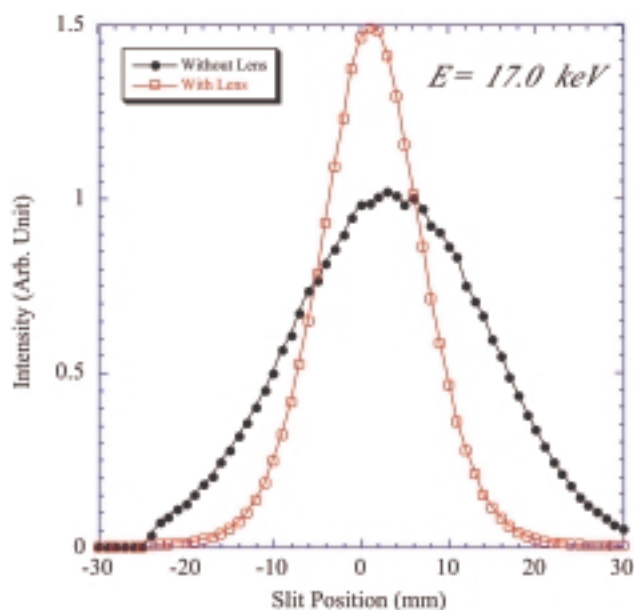


図5 レンズの有無による水平ビームサイズのエネルギー依存性

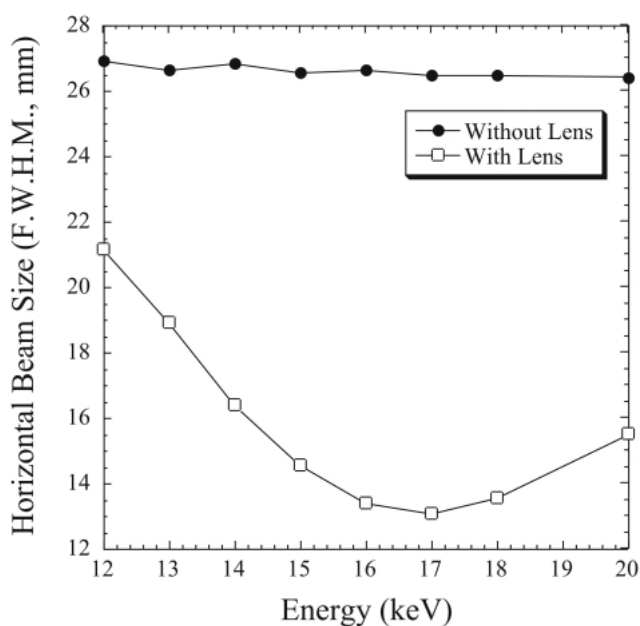


図6 ベリリウムレンズを入れた場合と入れない場合のスリットスキャンプロファイル

分解能検出器を用いなくてもフラウンホーファー回折プロファイルを測定できることであろう。予備的な実験として、半透明スリット（銅製）と不透明スリット（タンタル製）のフラウンホーファー回折プロファイル計測を図7に示される実験配置を用いて行った。

アンジュレータギャップは19.8mmとし、一次光のエネルギー14.1keVで測定を行った。ビームライン分光器をこのエネルギーに合わせた後に、2つのSi333チャンネルカットを（+,+）配置に設置して1km

先でのビーム位置を安定化させた。EH2内でのビームプロファイルは、ポラロイドフィルム、X線ビームモニターおよびスリットスキャンにより計測した。

実際の測定は半透明スリットから行った。このスリットは可視光レーザー用であり、きれいなナイフエッジになっていて、図8に示される形状を持つ。いくつかのスリット幅に対してEH2内でポラロイドフィルム（タイプ52）に記録したビーム像を図9に示す。フィルム上の画像をスキャナーで取り込み、PC上で白黒を反転してあるため、黒い部分がX線

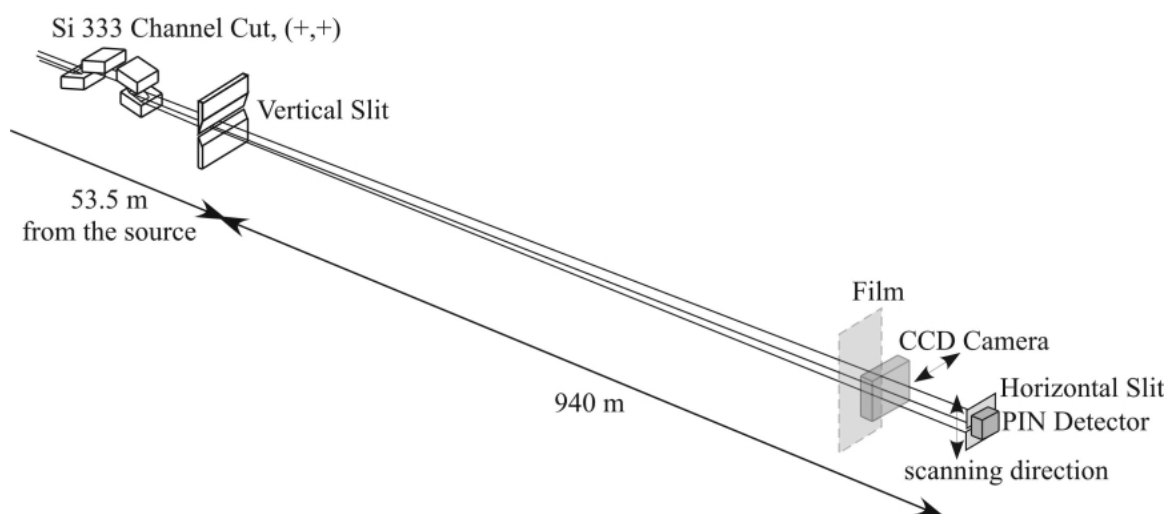


図7 スリット回折プロファイルの測定配置

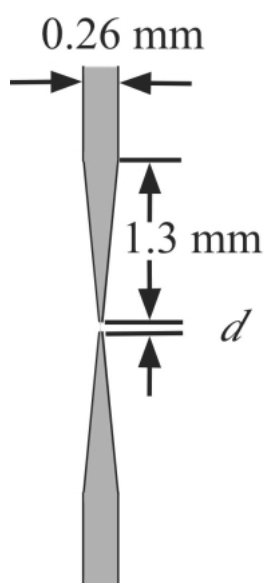


図8 半透明スリットの形状

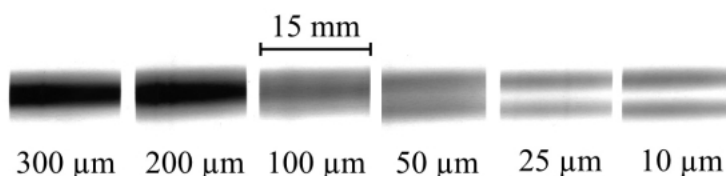
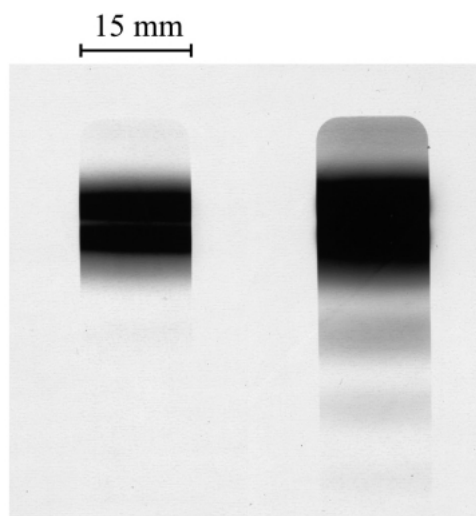


図9 EH1に置かれた半透明スリットの開口幅を変化させてEH2で観察したビーム像（スリット幅は各々の像の下に示されている。）



5 min

20 min

図10 EH1に置かれた銅製半透明スリットの開口幅を $10\mu\text{m}$ としてEH2で観察したフラウンホーファー回折像

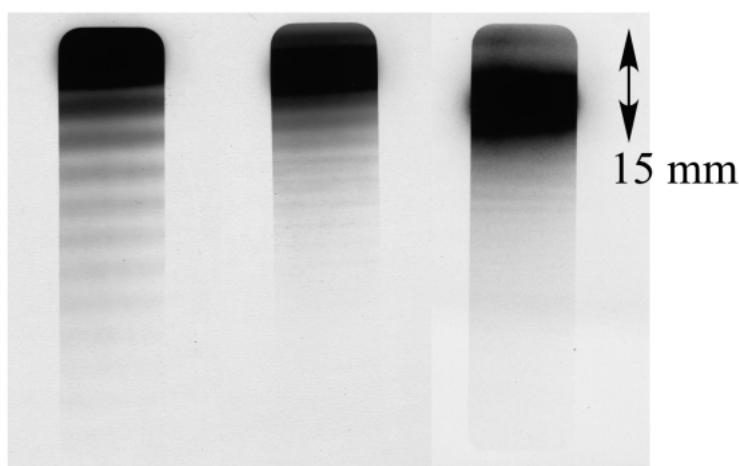
20 μm 30 μm 50 μm

図11 EH1に置かれたタンタルスリットの開口幅を変化させてEH2で観察したフラウンホーファー回折像（スリット幅は各々の像の下に示されている。）

強度の高いところである。各々の写真の露光時間は5秒以下である。

短い露光時間ではフラウンホーファー回折像は観察されず、そのかわりにスリットを狭くしたときに2本の分離した線状のイメージが観察される。ナイフエッジスリットの前方に、厚いハーフスリットを置いて上向きにスキャンしたときの画像の変化から、これらの線状イメージはナイフエッジによる屈折像であることが判った。フラウンホーファー回折像は、感度の高いフィルムを用いて長時間露光することにより、図10に示されるように見えてくる。

不透明スリットでは、スリット幅 $20\mu\text{m}$ 、 $30\mu\text{m}$ 、 $50\mu\text{m}$ の場合について、ポラロイドフィルム（タイプ55）による露光を行った（図11）。それぞれの露光時間は12分、8分、5分である。スリットスキャンによる強度プロファイル測定結果を $20\mu\text{m}$ 幅スリットの場合について図12に示す。このときにPIN検出器の前に置かれたスリットのサイズは $100\mu\text{m}$ （垂直） $\times 10\text{mm}$ （水平）である。

5. シリコンウェハーでの回折

結晶での回折の観点からみたビームの性質をチェックするために、EH2内のゴニオメーターにシリコンウェハーを載せて、ラウエケースでの透過プロファイルを測定した。試料結晶は信越半導体社製 $\langle 111 \rangle$ 成長FZ結晶から作られた3インチ径の (111)

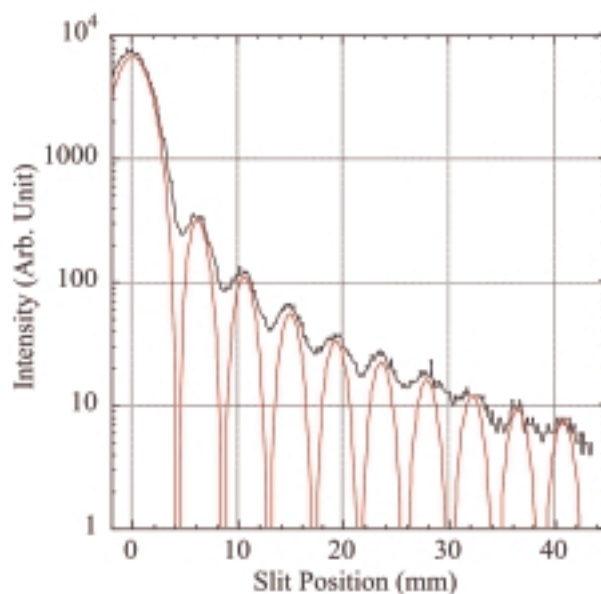


図12 $20\mu\text{m}$ 幅のタンタルスリットからのフラウンホーファー回折強度プロファイル（赤い実線は $20\mu\text{m}$ スリットに対する計算結果。）

ウェハーであり、メカノケミカル研磨により厚さ $385\mu\text{m}$ の平行平板に仕上げたものである。この測定では、アンジュレータギャップは 10.5mm とし、3次光（ 18.7keV ）を分光器で取り出して入射ビームとした。EH2のベリリウム窓の直後に垂直方向のビーム発散角を抑えるスリットを置き、スリットの後ろ

に入射強度モニター用のイオンチェンバーを置いた。その後ろの精密ゴニオメーター上に結晶をセットし、対称ラウエケースの220反射の条件で透過強度を別のイオンチェンバーで計測した（図13）。

透過ビームの回折強度曲線をいくつかのスリット幅に対して計測した。図14には典型的な場合としてスリット幅2mmの場合と8mmの場合を示す。動力学的回折理論に特徴的な非対称強度分布がどちらの場合にも観察された。これらの回折強度曲線では平面波入射の場合に期待される細かいペンデル振動に

そ見えてはいないが、通常の二結晶平行配置で観察されるプロファイルと同等なものが得られている。平行配置で実現されている「色消し」の条件が成り立っていないために、回折条件でのディップは浅くなる。ピークと谷の強度比はスリット幅を8mmから2mmとすることで若干大きくなる。これは、空間的な分散効果によるものであるが、おそらくはビームの振動のために、この効果は期待したほどには大きくなかった。

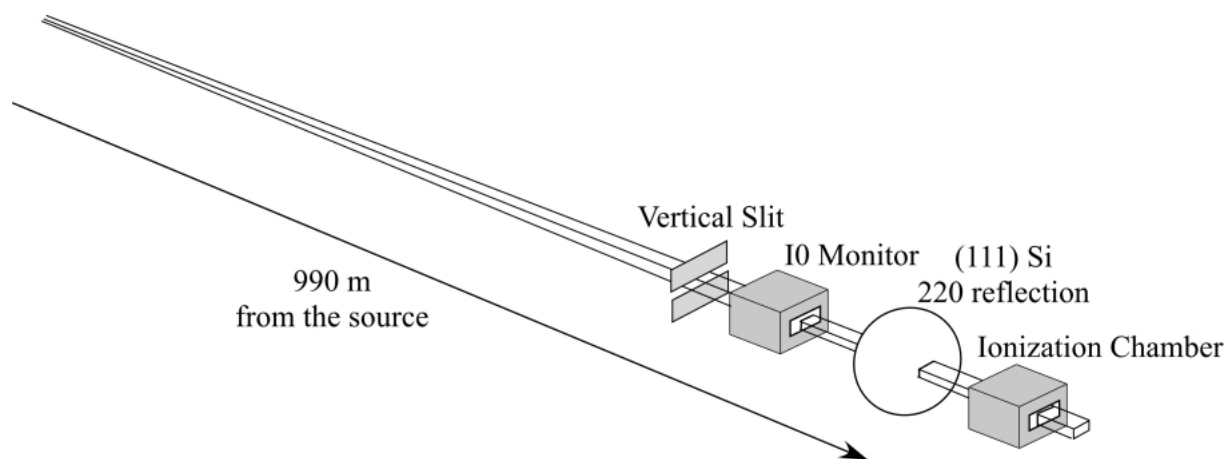


図13 シリコンでの回折プロファイルの測定配置

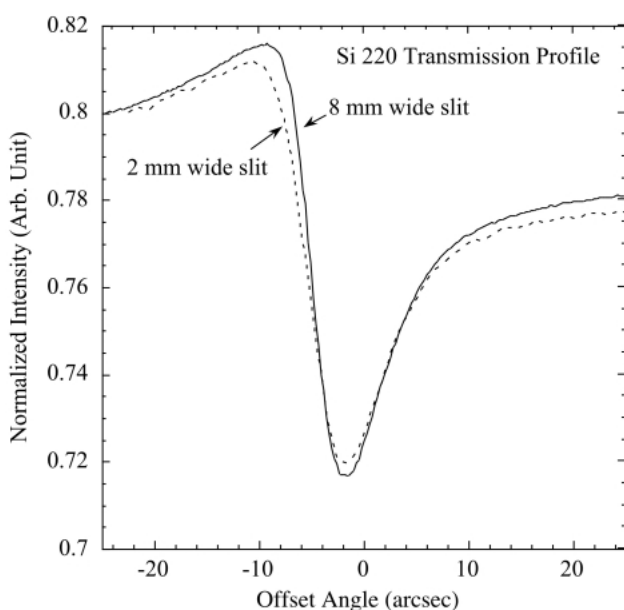


図14 ラウエケースでのSi 220反射の透過回折強度プロファイル

6. 合成ダイヤモンド結晶の回折イメージング

完全に近い単結晶での回折イメージング（トポグラフィ）では、簡単な幾何学的考察から、光源－試料間の距離が試料－フィルム間の距離にくらべて大きいときに高い空間的分解能が得られることが判っている。実際には、空間的分解能 Δd は a を光源サイズ、 l を試料－フィルム距離、 L を光源－試料距離として $\Delta d = al/L$ で与えられる。コミショニング時にはビームが分光器の振動によって揺れていたもので、実効的な光源サイズが大きくなっていた可能性はあるが、ダイヤモンド単結晶の回折イメージング計測が行われた。試料結晶は住友電工から最近供給された（001）ダイヤモンド単結晶であり、大きさは約10mm×10mm、厚さは0.97mmである。試料の写真を図15に示すが、結晶はII-Aクラスの品質を持ち、無色透明である。

回折イメージ観察では、X線のエネルギーはシリコンでの回折実験と同様に、10.5mmアンジュレータギャップの3次光（18.7keV）を用いた。実験配置

を図16に示す。EH2内の試料前に試料に入射するビームの大きさを変えるための4象限スリットを置いた。また、その後ろにイオンチェンバーを置き、入射強度をモニターした。試料結晶は精密ゴニオメーターに載せ、220反射が上流のSi 111分光器と(+, +)配置となるように調整した。反射ビーム方向にもう1つのイオンチェンバーを置き、入射条件の調整に用いた。12mm×12mmの視野をもち、ピクセルサイズが12 μ m×12 μ mのX線モニターを試料から420mm離して置いて画像観察に用いた。

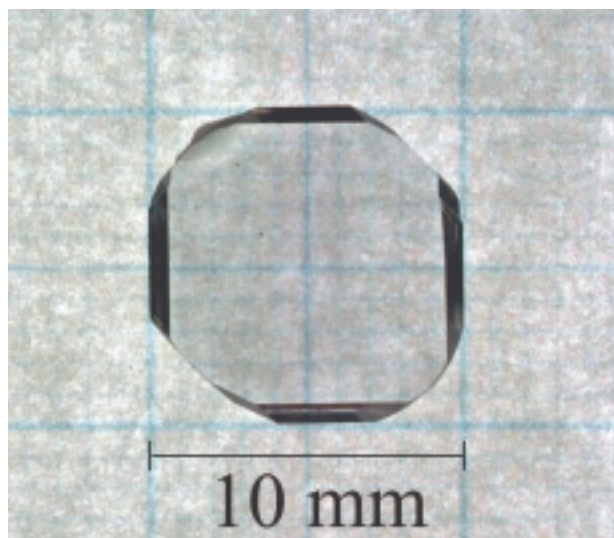


図15 試料として用いられたダイヤモンド単結晶

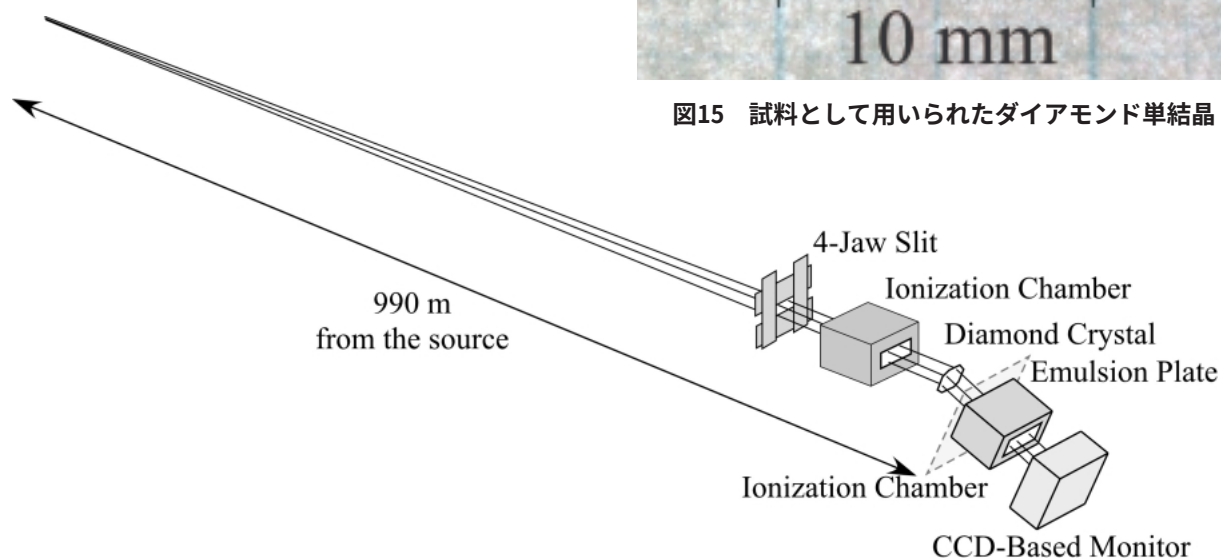


図16 ダイヤモンドの回折イメージングの測定配置

最初に4象限スリットを全開にして試料全面からの回折ビームによるロッキングカーブ測定を行った(図17)。半価幅は8.0秒であり、ダーウィン幅の理論値(1.1秒)に比べずっと大きい。回折イメージは図17中にA~Gで示される7つの角度位置で観察された。図18はX線モニターのCCDカメラの前に減光フィルター(ND13)を入れて、8秒の積算で記録したA~Gでの回折像である。減光フィルターを取り除くと、撮像システムの最少積分時間である20 msecでも十分な画質の回折像が記録できることが確認された(図19)。比較のために、従来から広く用いられている原子核乾板(Ilford L4, 50 μ m)による像を図20に示すが、ビームラインシャッターによって露光時間を決めているため若干露光過多である。

回折像には中央に格子欠陥の少ない矩形の領域があり、ロッキングカーブ幅の広がりの原因を探るた

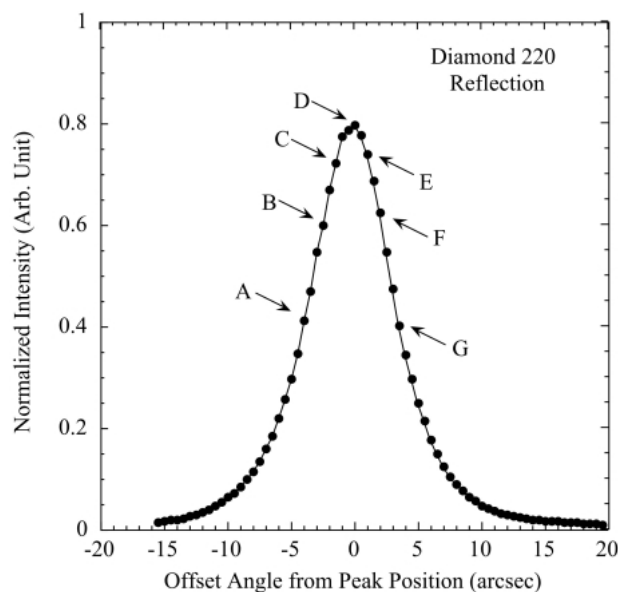


図17 試料全面にビームを当てた場合のロッキングカーブ

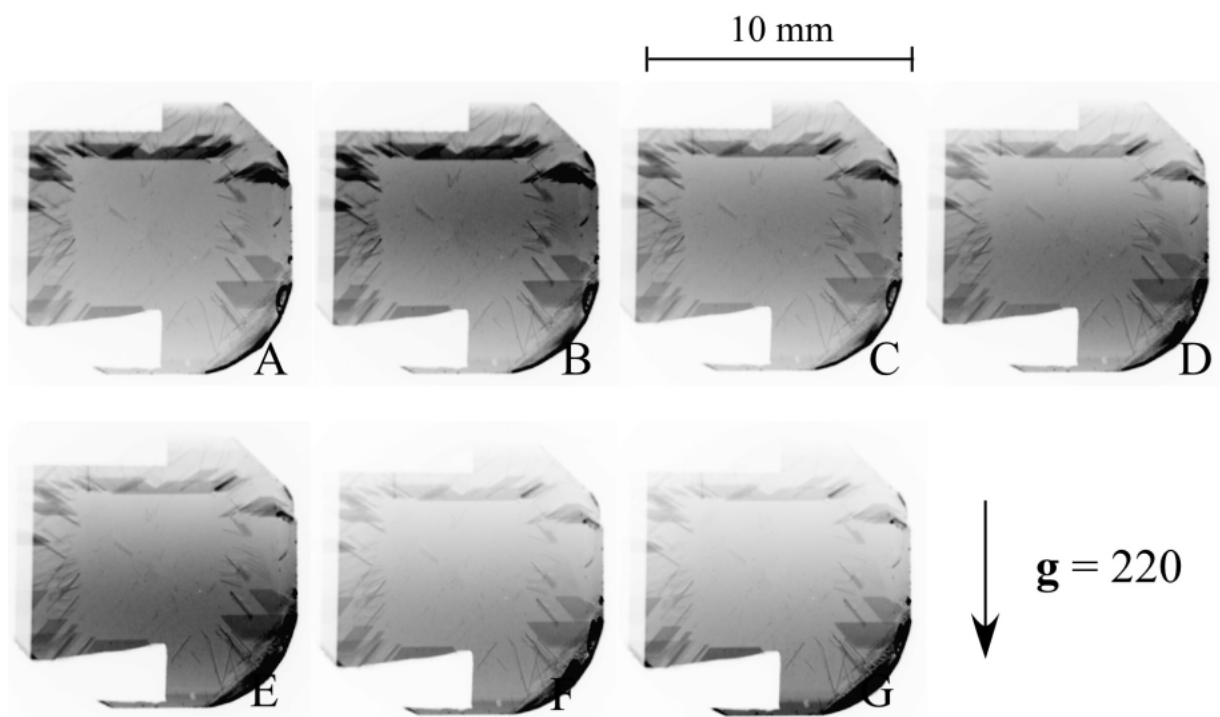


図18 図17のA～Gの各点での回折像（白く抜けている部分は試料ホルダーの影である。減光フィルター（ND13）を用い、露光時間8秒で撮影。）

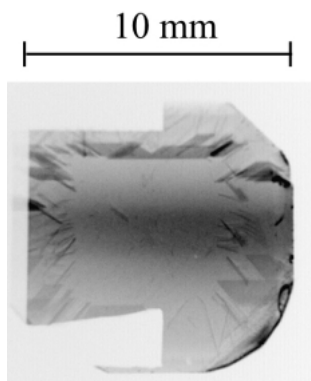


図19 減光フィルターを取り除き、露光時間20ミリ秒で撮影した回折像（角度位置は図17のDに対応する。）



図20 原子核乾板を用いた回折像（裏焼きかつ露光過多。）

めに、スリットを4.5mm×4.5mmの開口に制限してロッキングカーブ測定を行い、さらに垂直方向のスリット幅を狭くしていったいくつかの条件でのロッキングカーブ測定を行った（図21）。周囲の格子欠陥が多い部分をきると、ロッキングカーブ幅は狭くなるが、中央の完全性が高い部分で垂直方向のビーム幅を狭くしていてもロッキングカーブの幅に格段の変化は見られなかった。この結果は、ロッキングカーブの広がり格子欠陥の歪みが寄与していること、ビームライン分光器での垂直エネルギー分散

はロッキングカーブ幅に殆ど寄与しないことを示している。

狭いスリットを用いると、回折ビームの空間プロファイルは入射条件のロッキングカーブのピーク位置からのずれに従って特徴的に変化する。図22には、0.1mm（垂直方向）×4.5mm（水平方向）の入射スリットを用いた場合のロッキングカーブを示す。図22のA～Gで示された角度位置で観察された回折ビーム像を図23に示す。ロッキングカーブの裾では、回折ビームははっきり分離した2本の線からなる。

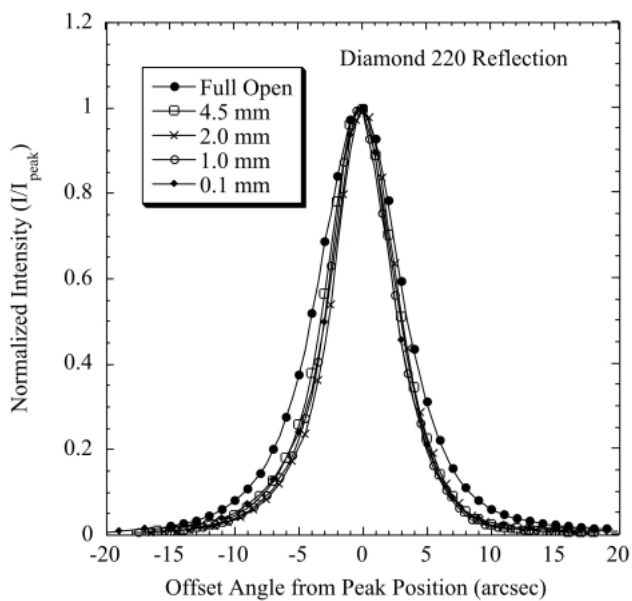


図21 水平スリットサイズを4.5mmに固定し、縦スリットサイズを変化させて測定したロッキングカーブ

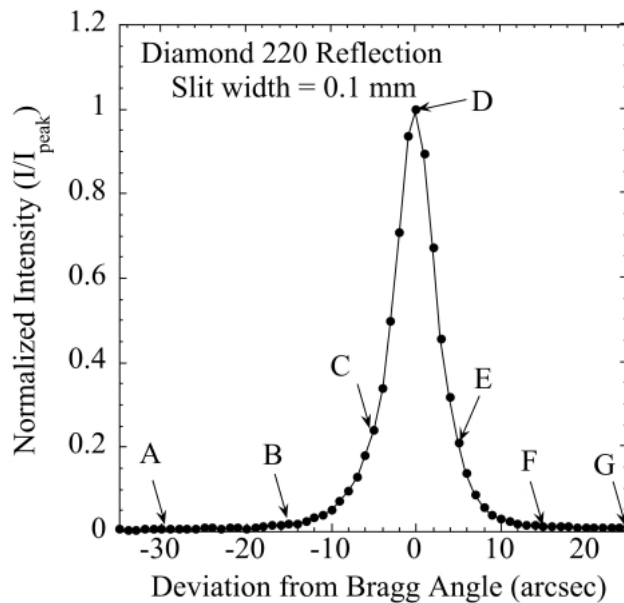


図22 スリット縦幅を0.1mmとして測定したロッキングカーブ (A～Gは図23に示される反射ビームイメージ測定を行った角度位置を示す。)

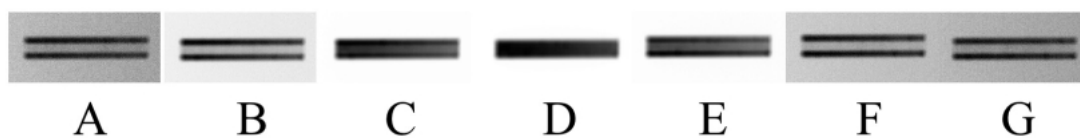


図23 図22に示されたロッキングカーブ上の角度位置A～Gでの反射ビーム像

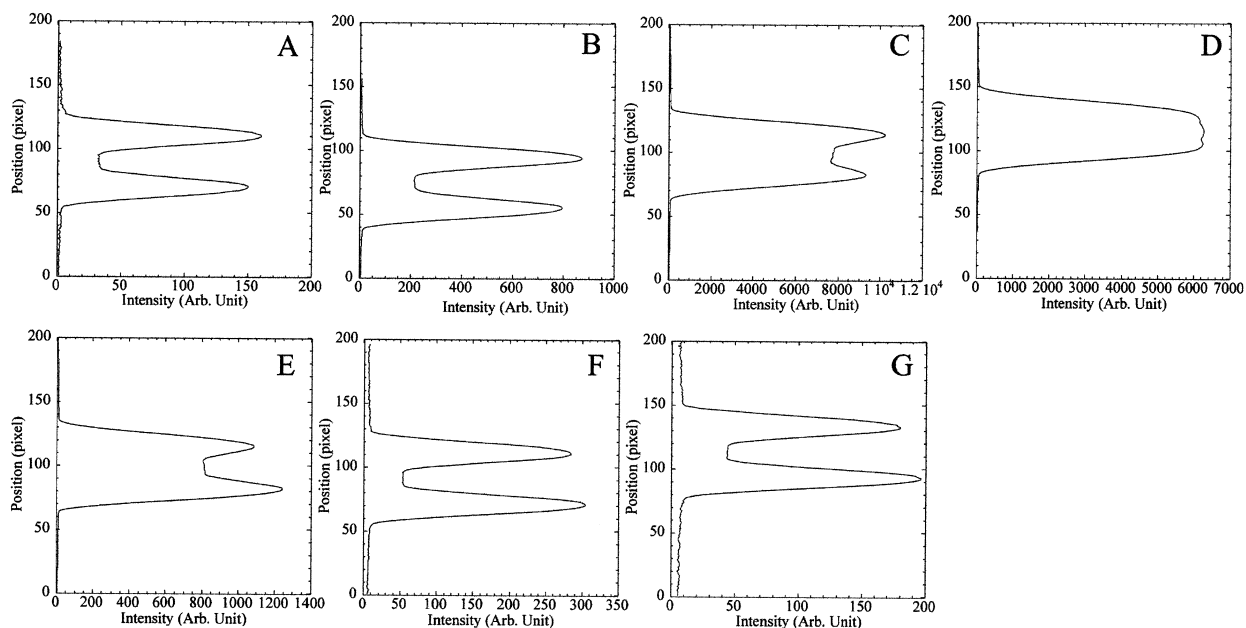


図24 図23に示された像の強度を水平方向に積分した垂直方向強度分布

一方で入射条件がピークに近づくにつれ、二本の線は一本の太い線に変化していく。図23の強度分布を水平方向に積分した強度プロファイルを図24に示す。ここで得られた結果は、動力学的X線回折に特有なエネルギーフロー^[2, 3]を反映したものに他ならない。平面波状の入射X線によって、分散面上の小さな領域が励起される場合、試料結晶内の部分波は分散面の2つの分枝の法線方向に結晶内を伝播する。入射条件がブラッグ条件から遠い時、2つの法線方向はほぼ結晶外部での入射方向と回折方向になる。結晶の出射表面で2つの部分波はそれぞれ透過波と回折波に寄与するため、回折方向に二本の線が現れる。

図24に見られる非対称強度分布は2つの部分波に対する吸収の差を反映したものである。ロッキングカーブの高角側では、吸収の少ない部分波がボルマンファンの回折方向側に沿って進み、逆に低角側では入射方向側に沿って進む。

ここで行われた回折実験は、ビームが十分な大きさを持ち、しかも 10^{11} 光子/mm²の強さを持つことを示した。従って、比較的大サイズの試料の回折像を付加的な光学系を用いずに観察することが可能であり、またストロボ的な観察も可能である。回折への応用にとってこのビームラインで得られるビームは、平面波とは言えないまでも、第一結晶を用いなくて二結晶平行配置と比肩しうるデータを取りうる性格をもつ。

7. おわりに

本稿では、6月に行われた1kmビームラインコミッション時にいわば駆け足で行われたいくつかの実験に関しての報告を行った。ここで紹介した以外にも不等間隔干渉計による空間コヒーレンス計測が試みられたが、ビーム振動の影響で正確な測定には至っていない。夏期シャットダウン前に幾許かの使用経験を積み、また長尺実験棟から蓄積リング棟の機器制御を行う方式も確立できたので、夏の間に不足しているものを製作し、またコミッション時に見つかった改良点に対処して、秋の運転再開に備える。秋からはいよいよ本題の分離型干渉計の調整が開始される予定である。

本稿は、実際にコミッション実験に携わったメンバーを共著者として纏めたものであるが、本ビームラインの建設にはSPRING-8内外の非常に多くの方が関係している。ビームラインの真空関係を纏め

ていただいたJASRI利用促進部門の大橋治彦博士、手配師としての才能を十二分に発揮したJASRIビームライン部門の木村洋昭博士、世間で狂気の沙汰と言われていた1月から3月の間の現場工程をこなして頂いたSESの田中政彦氏、測量前の草刈りに特異な才能を発揮したJASRI利用促進部門の一色麻衣子さん他たくさんの方々はこの場を借りて感謝の意を表したい。

参考文献

- [1] A. Q. R. Baron, Y. Kohmura, V. V. Krishnamurthy, Yu. V. Shyd'ko and T. Ishikawa : J. Synchrotron Rad., **6** (1999) 953—956.
- [2] N. Kato : Acta Crystallogr., **11** (1958) 885—887.
- [3] P. P. Ewald : Acta Crystallogr., **11** (1958) 888—891.

石川 哲也 ISHIKAWA Tetsuya

理化学研究所 播磨研究所 X線干渉光学研究室
〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-2805 FAX : 0791-58-2807
e-mail : ishikawa@spring8.or.jp

玉作 賢治 TAMASAKU Kenji

理化学研究所 播磨研究所 X線干渉光学研究室
〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3821 FAX : 0791-58-2807
e-mail : tamasaku@spring8.or.jp

田中 義人 TANAKA Yoshihito

理化学研究所 播磨研究所 X線干渉光学研究室
〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3322 FAX : 0791-58-2807
e-mail : yotanaka@postman.riken.go.jp

矢橋 牧名 YABASHI Makina

財高輝度光科学研究センター 放射光研究所 ビームライン部門
〒679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3811 FAX : 0791-58-2807

山崎 裕史 YAMAZAKI Hiroshi

財高輝度光科学研究センター 放射光研究所 ビームライン部門
〒679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3820 FAX : 0791-58-2807

竹下 邦和 TAKESHITA Kunikazu

財高輝度光科学研究センター 放射光研究所 ビームライン部門
〒679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3845 FAX : 0791-58-0830

後藤 俊治 GOTO Shunji

財高輝度光科学研究センター 放射光研究所 ビームライン部門
〒679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1
TEL : 0791-58-0802×3840 FAX : 0791-58-0830