

放射光を利用した計測技術開発の経験
Experiences Of The Development Of The Instrumentation
Technologies Using The Synchrotron Radiation At The
Photon Factory

Kazunobu HAYAKAWA
Catalysis Research Center,
Hokkaido University,
Sapporo 060, Japan

Synchrotron radiation(SR) instrumentation research developed in Hitachi, Ltd. is reviewed. The Hitachi synchrotron radiation application experiment group was installed a SR beam line at the Photon Factory, National Laboratory for High Energy Physics at Tsukuba under the contract between National Laboratory for High Energy Physics and Hitachi, Ltd. in March, 1984. Since then, a grating monochromator for soft X-ray region, several kinds of crystal monochromators and measuring equipments(soft X-ray diffractometer, XPS, EXAFS, CT, fine pattern exposure system and scanning microscope) have been developed and installed at the beam line. In this report, the details of the beam line and measuring equipments, and the research activities of the Hitachi SR application experiment group are reviewed.

1. はじめに

第15回ライナック研究会世話人の方から、同研究会で放射光(Synchrotron Radiation, SR)利用の研究の話をするように、お招きを戴いた。私は昨年(1989)8月末日に(株)日立製作所を退職するまでの約10年間、研究活動の一つとして高エネルギー放射光実験施設(KEK-PF)のSRを借用させて戴き、SRを利用した物性と材料評価を中心とする計測技術開発の仕事に携わってきた。特に、その後半の6年半強はKEK-PFの一つのビームポートを日立製作所で借用することを、高エネルギー物理学研究所に許諾して戴き(BL-8、経過は表1参照)、ビームラインの建設から始まり、モノクロメータ、各種測定装置の開発を行い、それらを使用した材料物性評価等の実験活動を推進した。

固体材料の計測評価技術を開発する立場からすると、技術開発に使用する光源の特性の良さが、開発中の計測技術の達成水準をおおかた決定してしまう。電子顕微鏡を例にとろう。電子線源の大きさが十分に小さく、かつ輝度が高いことが、得られる顕微鏡像の空間分解能を高める必須条件である。このことは電子顕微鏡にかぎらず、ビームを使用する計測技術一般に言えることである。X線領域の計測技術開発に際しては、上記の類推から現時点ではSRを光源として使用することが必要不可欠であると考えている。これによって現用しうる最高水準の技術をもって達成しうる計測技術の限界を見極めるとともに、光源に対する次の段階の技術目標も設定出来るようになるからである。

昨年8月の日立退職で公式には、私はこの仕事に区切りを付けた。しかし、この研究活動は現在も継続中で、上述の極限を見極めうる段階には未だ到達していないことは言うまでもない。

この報告では、日立実験グループとして企画したSR利用計測技術の開発目標、ビームラインの構造、モノクロメータ・測定装置の構造・特性などの概要を述べるとともに、現在得られている実験結果、成果等も紹介する予定である。

表1. K E K - P F の放射光利用と私のかかわり (自己紹介)

項番	時期/期間	業 務 内 容
1	1971春	『超強力X線束の発生と応用』インフォーマルミーティングを主催 ¹⁾ 。 日本物理学会講演会X線粒子線分科会。
2	1979 -1983	K E K - P F 設置の結晶評価用SRトポグラフ装置建設グループに参加。 同装置の立ち上げの一員 ²⁾ 。
3	1982/3	K E K - P F の電子蓄積リング 電子蓄積に初めて成功。
4	1983/4 -1984/3	K E K - P F のビームポート1個を(株)日立製作所で借用して、P F の実験フロアにビームラインと諸実験装置を設置して、各種のSR利用 実験を行うことにつき、K E K 管理部門と折衝を行う。
5	1984年 3月25日	高エネルギー物理学研究所長と、(株)日立製作所社長との間で『放射 光実験施設使用に関する協定書』を締結(5ヶ年有効の協定)。
6	1984/4 -1989/3	第1期の協定期間、日立実験グループの責任者を担当。 <u>実験G全体としての業務内容</u> a. ビームラインの設計、製作、現地設置。SR通過試験。 b. モノクロメータ・測定装置の企画、設計、製作、現地据付と試験。 c. aとbをドッキング後、モノクロメータの性能出し。モノクロメ ータと測定装置を通した性能出し。 d. SR利用実験の推進。
7	1988/10 -1989/3	第1期協定書の更改打ち合わせ。
8	1989年 4月1日	『放射光実験施設使用に関する協定書』第2期締結(3ヶ年の協定)
9	1989/4 -1989/7末	日立実験グループの責任者を担当。
10	1989/8末	(株)日立製作所を退職。

2. 開発目標の設定

SRの特徴は下記の4点にある；

- 1) 管球型X線源に比べて光強度が極めて強いこと。
- 2) 硬X線から赤外に至る広帯域の連続スペクトル光なので、波長選択の自由度が高いこと。
- 3) 指向性が高いこと。
- 4) パルス光であること(PFの312bunch通常運転の場合、2ナノ秒毎の0.1ナノ秒幅パルス)。

上記1)と2)に注目して当初の研究計画を立案した。とくに元素のK吸収端付近でのX線吸収効果を利用することに重点を置き、表2に示すような目標を設定して、この目的に沿ったビームライン、モノクロメータと、測定装置を開発することにした。

これによって

- 1) E X A F S 法では薄膜材料の作り方(プロセス)と膜の原子レベルでの構造・電子状態との関係を明らかに出来るようにすること。
- 2) C T 化することで、材料の断面観察顕微法を実現して、非破壊検査法を従来からある投影法に

止どまらず、断面観察も可能な技術開発の糸口を得ること。

3) 将来の半導体用の微細パターンを目指す転写技術の開発。

4) 心臓疾患の原因となる冠状動脈の狭窄の診断法：

現状；カテーテルを冠状動脈の入口にまで挿入して、造影剤を注入する侵襲度の高い検査が必要。

開発目標；造影剤を静脈注射で導入することで侵襲度を低くめ、かつ、冠状動脈の狭窄箇所を高い空間分解能で、心臓の搏動する位相に合わせた高速の画像診断技術を開発すること。

などを目指した。

表2. 開発目標と使用するSRの波長域・使い方

計測法の名称	計測データ ／観察事項	使用する波長域 又はエネルギー	SRの使い方	分析／開発対象
X線吸収分光法 EXAFS*	原子レベル 構造解析	0.4-15 Å 8-300 Å	単色光にして波長 走査	半導体薄膜、有機薄膜 生体材料
電子分光法	電子構造 解析	8-300 Å	単色光にして波長 走査	表面
リソグラフィ	-----	5-20 Å領域	白色光を一括照射	SR転写技術
SR-CT**	μmレベル 断面顕微像	0.3 -1.8 Å	対象物に含まれる 元素のK吸収端の 前後の2単色光	工業材料非破壊検査
デジタル ラジオグラフィ	心臓血管の 狭窄箇所の 検出	造影剤(ヨウ素)のK吸収端 33.17keVの前後の32.95と33.45keVの 2単色光を使用。		最終目標：ヒトの 心臓 現段階：犬の心臓
X線顕微鏡 (後から追加)	吸収量／ 蛍光収量	1) <3 Å, 2) 20- 40 Å	微小焦点単色光を使 用し試料をXY走査 ／点照射で波長走査。	固体、生物体の顕微像 ／元素・化合状態の同 定も可能。

* Extended X-Ray Absorption Fine Structure.

** Synchrotron Radiation Computerized Tomography.

3. ビームポートの位置とビームラインの構造

借用したビームポートはKEK-PFのBM8*である。このビームポートに接続したビームライン8(BL8)の位置を図1に示した。また、設置したBLの構造を上から見た略図を図2に示す。図3はBL8の下流側の分岐ライン部を、BL7側から撮影(86年7月)したものである。現在は分岐ラインの上にデッキを設置して2階建てにして、上部には実験データ収録用の装置を設置して、実験者の居住空間に当てている。

BLは電子蓄積リングに接続する部分を基幹チャネル部、そこから出たSRを3つの分岐光に分ける部分を分岐偏向部、下流側に設置した測定装置へSRを導く部分を分岐ライン部と呼んでいる。これらはいずれもステンレス製で、SR導入時の真空圧力は 1×10^{-9} Torr以下を保持できるドライ真空システムある。リング内の発光点から分岐Bの末端まで約30mの長さがある。

* 8番目のbending magnetの意。

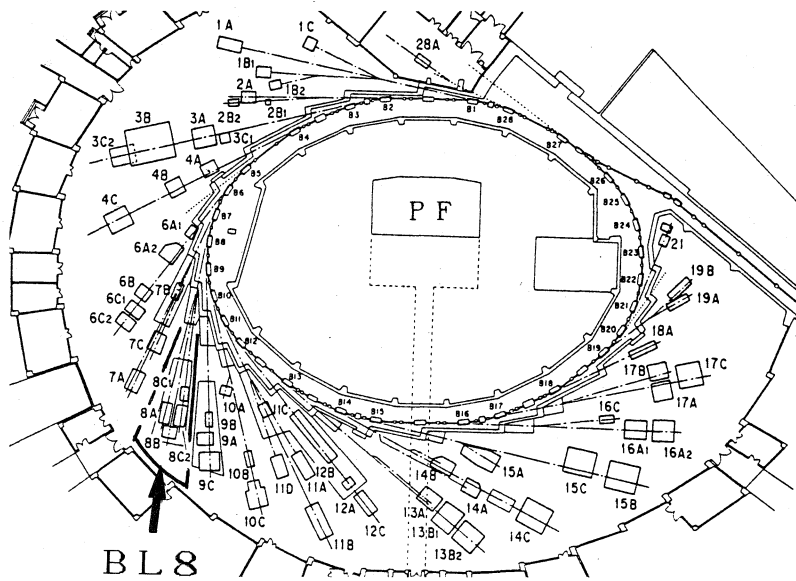


図1 PFの電子蓄積リングのふかん図と、日立実験グループが設置したBL8の位置(図はPHOTON FACTORY NEWS VOL. 8 No.2 July, 1990³⁾から転載して、一部記号等を追加した)。

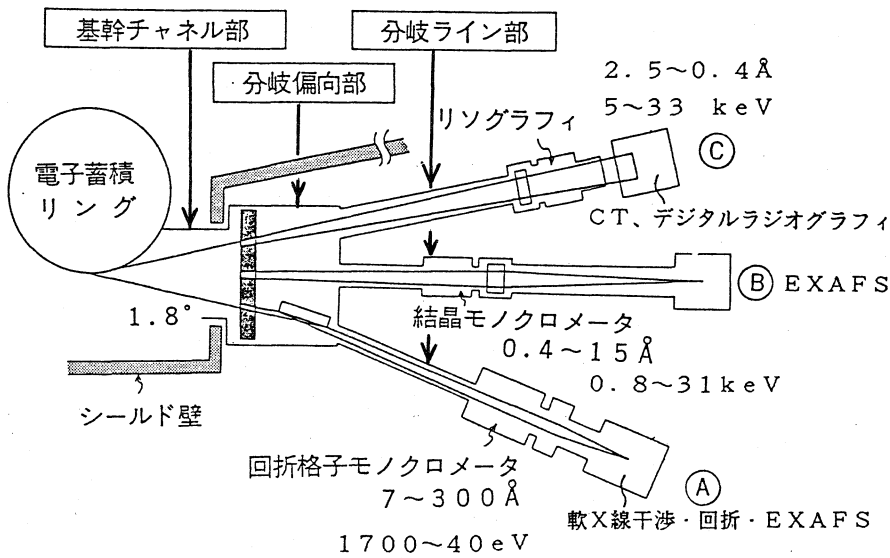


図2 BL8の概略構造図。
分岐A: 軟X線干渉・回折・EXAFS用。回折格子モノクロメータ付。
分岐B: EXAFS専用。2結晶モノクロメータ付。
分岐C: 転写、CT・DR用。時間分割で使用。用途毎に装置を入れ替える。
リング内の発光点から分岐Bの末端まで約30m。

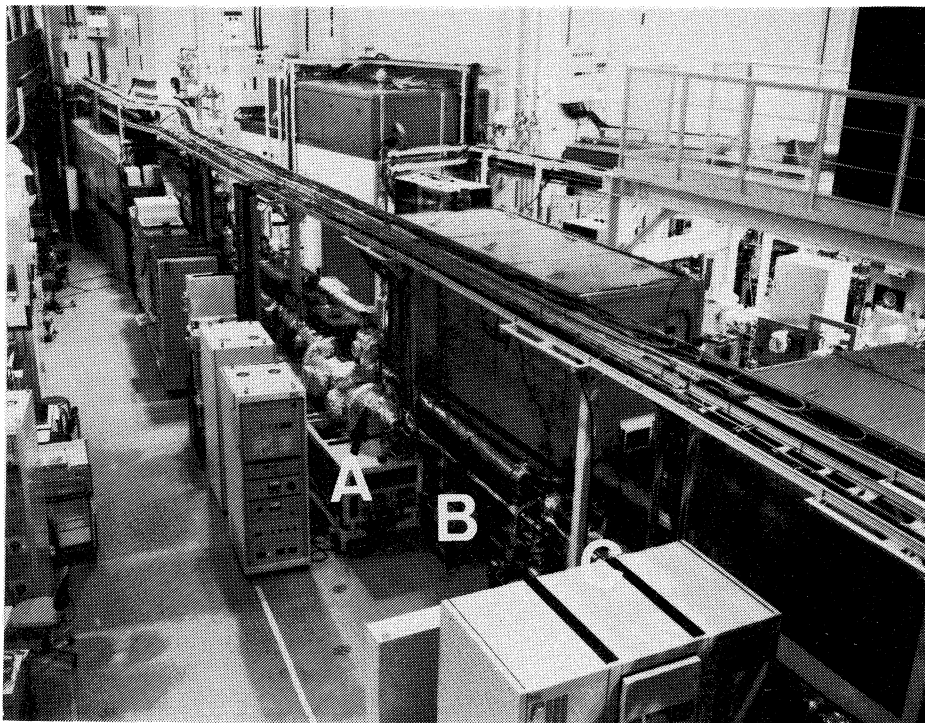


図3 BL8の分岐ライン部全景(PF実験ホールにて、1986年7月撮影)。

4. 分岐ラインAの光学系と光学要素の詳細

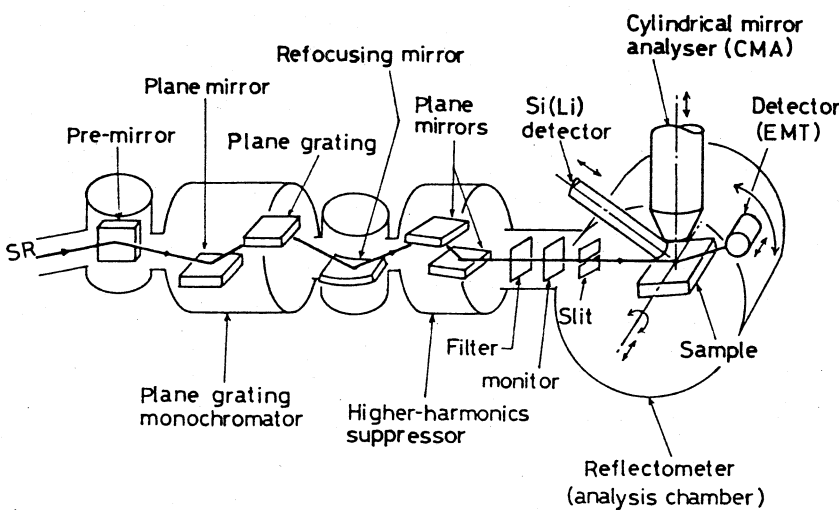


図4 分岐ラインAの光学系と測定室。文献4から転載。

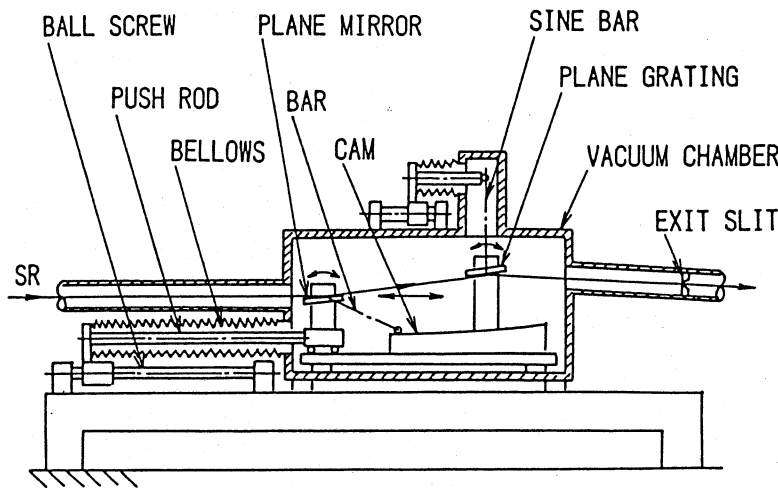


図5 平面回折格子モノクロメータの構造。文献5から転載。

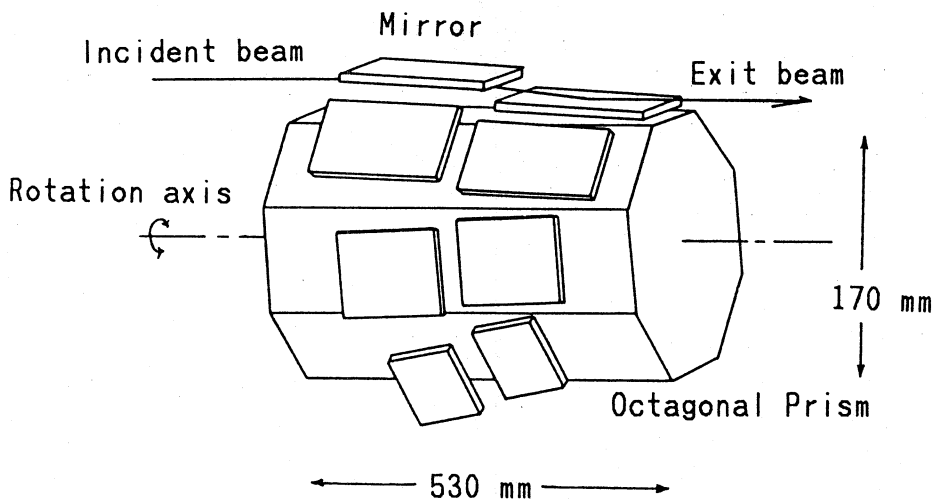


図6 高次光除去鏡システム。文献6から転載。

回折格子の2光学素子を組み合わせて使用する理由は、出射光の出射位置・方向を空間的に固定するためである。

図6は高次光除去鏡システムの構造詳細⁶⁾である。SRの進行方向にテーパが付いた正八角錐体の

分岐ラインAの前置鏡（分岐偏向部内）から末端のReflectometer（測定室）に至る光学系の詳細を図4⁴⁾に示す。水平方向の開き角 0.7mrad のSRは前置鏡で反射された後、平面回折格子モノクロメータで単色化される。再焦点鏡で試料位置にフォーカスを取りながら、2枚の平面鏡の組み合わせシステムで高次光を減衰させる。単色光はフィルタ、単色光強度モニタ（金属網を通過させて2次電子を検出）を通して試料表面に照射する。

試料室にはSRの鏡面反射面内を回転するX線強度検出器（EMT）、電子エネルギー分析器（CMA）、エネルギー分散X線検出器が設置されていて、軟X線回折・電子分光・X線分光測定が可能である。試料室内は 1×10^{-9} Torr以下に保たれていて、表面の軟X線実験に供することができる。

図5は図4のモノクロメータの構造詳細⁵⁾である。上流側に可動の平面鏡を置き、カムで案内を探りつつ、平面鏡の設定位置と回転角を定める。回折格子は位置固定で回転しつつ、単色光を下流側に出射する。使用した回折格子は溝の間隔が場所の関数で変化する不等間隔溝回折格子である。回折干渉の結果、紙面内でSRを収束させている。鏡と

8 錐面の内、7 錐面に 2 枚 1 組の反射鏡を合計 7 組搭載している。反射鏡表面には各組毎に異なる種類の金属、または金属化合物薄膜を堆積させることによって高次光カットオフ特性を変化させ、80 - 1600 Å 領域で高次光が極めて少ない軟 X 線測定を可能ならしめている。

5. 分岐ライン B の光学系と測定装置

図 7 に EXAFS 装置の光学系と測定装置の概要構造を示す。この光学系では SR の単色化にはシリコン単結晶 (311) 面 2 個を使用している。回折格子モノクロメータの場合と同様に、第一結晶ゴニオメータは位置と角度が可動、第二結晶ゴニオメータは回転のみである。超高真空中でゴニオメータを高い精度で動かし、軟 X 線領域でエネルギー分解能 $\Delta E/E = 2 \times 10^{-4}$ を達成するために種々の工夫が凝らされている。このシステムの活用により各種製法で作られたシリコン系薄膜の構造

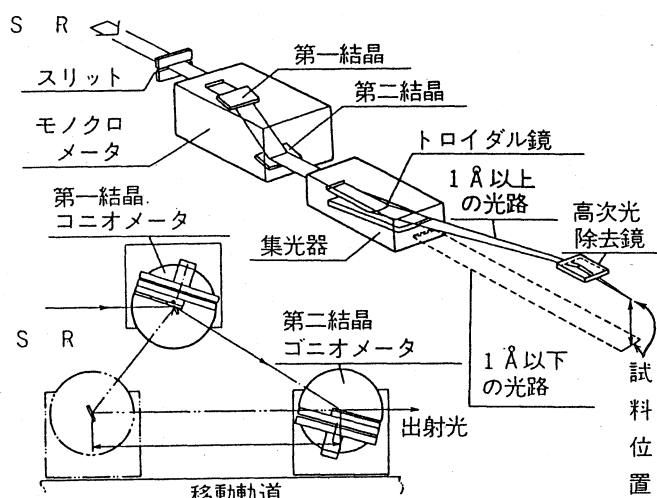


図 7 (a) EXAFS 装置の光学系

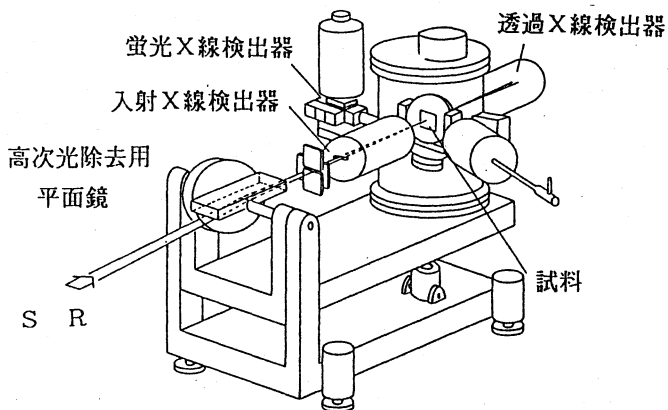


図 7 (b) EXAFS 測定装置の構造
解析が可能になりつつある。

6. デジタルラジオグラフィ光学系 (分岐 C)

図 8 にデジタルラジオグラフィ (DR) 用の光学系を示す。モノクロメータはシリコン (111) 非対称カット 1 個を使用して、SR の単色化とビーム断面積の拡大を同時に行う。結晶表面は現状 60 mm 幅 × 450 mm 長である。被写体の断面積が大きくなれば、更に大表面の結晶が必要になる。

現在、鼠、兎、犬を試料に使用して、大腿静脈が造影剤 I をパルス的に注入し、I が心臓に環流するタイミングを見計らって、I の K 吸収端前後の心臓画像を撮像する。両画像の画素毎の差分を取り、I で造影された冠状動脈などの血管部分だけの画像にして、狭窄部を発見する方法を探索⁸⁾

図 8 デジタルラジオグラフィ光学系 (文献 7) している。

参考文献 ; 1) 早川和延、床次正安、深町共栄 : 日本物理学会誌 26(1971)456. 2) S. Suzuki 他 : Nuclear Instrum. & Methods Phys. Res. 227(1984)584. 3) PHOTON FACTORY NEWS 8(1990)No2 裏表紙裏. 4) Y. Hirai, I. Waki, A. Momose & K. Hayakawa: Rev. Sci. Instrum. 60(1989)2219. 5) M. Itou, T. Harada & T. Kita: Appl. Optics 28(1989)146. T. Harada: Nuclear Instrum. & Methods Phys. Res. A291(1990)179. 6) I. Waki, Y. Hirai, Momose & K. Hayakawa: Rev. Sci. Instrum. 60(1989)2072. 7) Photon Factory 英文案内 88 年版 p57. 8) K. Ueda, K. Umetani 他: Rev. Sci. Instrum. 60(1989)2272.