

1. 目的・概要

VSX光学素子の反射率(特に炭素-K吸収端領域)の向上を図るため、低コスト、省労力の光学素子In-situ炭素汚染除去法を開発し、ビームラインの実効的な光量を改善する。

要旨

真空紫外軟X線(VSX)ビームライン光学素子の炭素汚染は、炭素吸収端(特に炭素-K吸収端領域、270~300 eV)での光量の低下をもたらす、放射光利用実験の妨げになる。これまで光学素子の炭素汚染除去は、光学素子を大気中に取り出して再蒸着、もしくはオゾン洗浄を行なう方法が主流であった。しかし、いずれの方法でも超高真空槽の大気圧バント、光学素子の取外し、炭素汚染除去、再設置、再ベーク、光学素子の再調整などの作業を行なう必要があり、コストと労力が大きい。そこで我々は、低コスト、省労力の炭素汚染除去法、炭素汚染防止法を開発している。今回、PFの高輝度VSXビームラインBL-13Aの分光器チェンバー(回折格子(G)、平面鏡(M2)内蔵)において、 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ Paの酸素ガス導入下で0次放射光を照射する方法により光学素子の炭素汚染をIn situ除去したので報告する。

2. 光学素子の炭素汚染除去の現状

Bollerらは金コートシリコン(Au/Si)に放射光を照射して、炭素堆積速度の圧力、光電流量、表面温度依存性を測定し、表面に吸着した炭化水素分子が光電子、二次電子によって解離して、炭素堆積が起きるというモデルを提唱した。

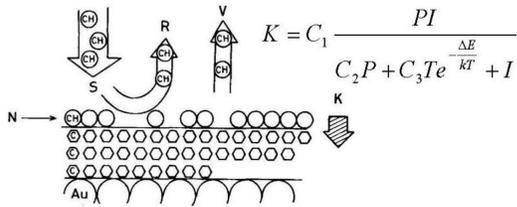
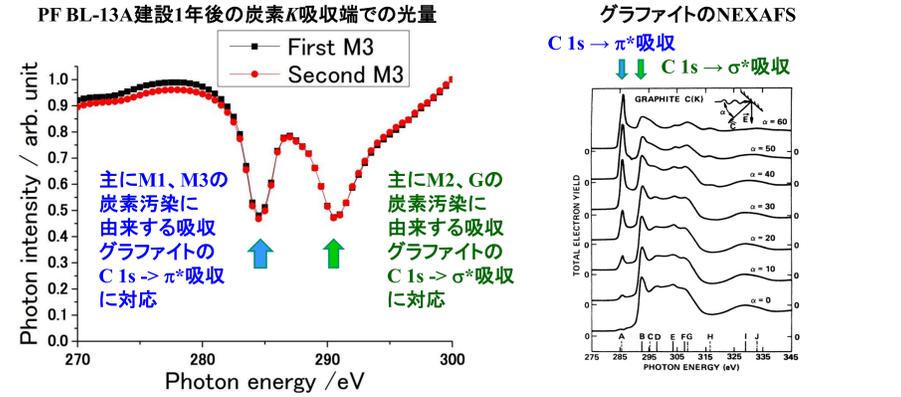


Fig. 3. Build-up of a contamination layer from cracked hydrocarbons. S = flux of incoming hydrocarbons, R = flux of reflected hydrocarbons, K = rate of cracked hydrocarbons, N = adsorption density.

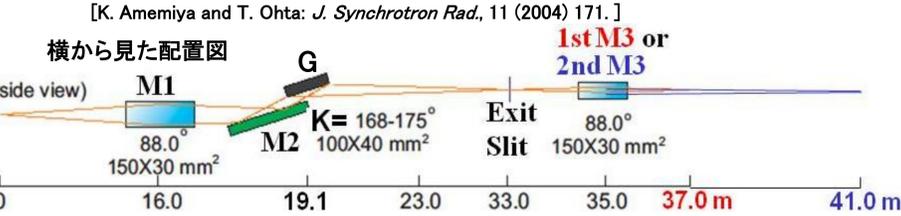
[K. Boller, et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A 208 (1983) 273.]

実際、圧力が高い条件(例えば 10^{-6} Pa台)で放射光を導入すると、目視でわかるくらいに光学素子上に炭素が堆積する。しかしながら、PF BL-13Aでは到達圧力を $< 1.3 \times 10^{-8}$ Pa、放射光導入時の圧力を $\sim 1.3 \times 10^{-7}$ Paにしても炭素汚染を防止できなかった。



[A. Toyoshima et al., J. Vac. Soc. Jpn. 54 (2011) 580.] [Rosenberg et al., PRB33 (1986) 4034.]

PF BL-13A: 入射スリットレス可変偏角不等間隔回折格子(VLSG)分光器

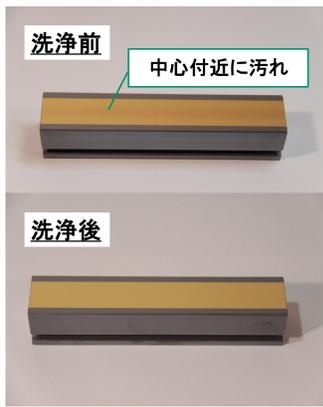


放射光はほぼ水平直線偏光、光学素子上の炭素は主に安定なグラファイトと考えられる。選択則を考慮すると
M1, M3における主な吸収: グラファイトのC 1s $\rightarrow \pi^*$ ($h\nu = 285.5$ eVの鋭いピーク)
M2, Gにおける主な吸収: グラファイトのC 1s $\rightarrow \sigma^*$ ($h\nu = 292.5$ eVの鋭いピーク)に帰属できる。

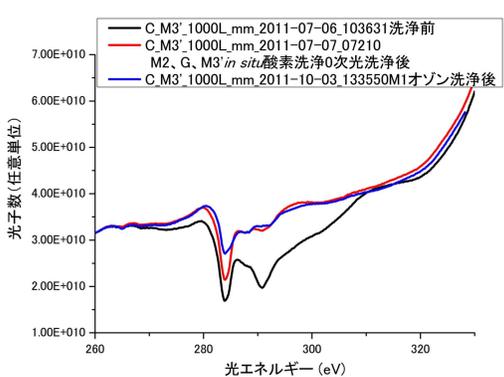
4. オゾン洗浄での炭素汚染除去

前置集光鏡(M1)の炭素汚染除去

炭素汚染除去実験中の前置集光鏡(M1)チェンバーの圧力は $< 6 \times 10^{-5}$ Paに保たれていたため、炭素汚染除去はできなかった。7月22日にM1を外したところ、薄い黒い汚れがミラー中央付近に目視で確認できた。そこで(財)高輝度光科学研究センター 光源・光学系部門の三浦さん、大橋さんに依頼して7月27日に100℃にてオゾン洗浄を10分間実施した。洗浄後には汚れは目では見えなくなった。ミラー中心線上の平均表面粗さは、洗浄前0.20 nmRMSに対し、洗浄後0.17 nmRMSと若干向上した。



光学素子の炭素汚染除去前後の光量

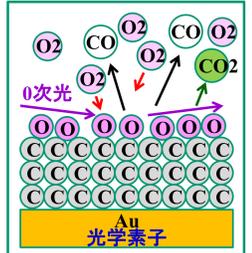


オゾン洗浄による炭素汚染除去後の光量を比較したところ、M1の炭素汚染に由来する吸収が大きく改善されていることが確認された。

3. 光学素子のin situ炭素除去実験

WarburtonとPianettaは光学素子チェンバーに 1.3×10^{-2} Paの酸素ガスを流しながら、0次光を光学素子に照射することで、光学素子の炭素汚染を除去できることを報告した。[W.K. Warburton & P. Pianetta, NIMPR A 319 (1992) 240.]

そこで、我々もPF BL-13Aの後置鏡・平面鏡・回折格子チェンバーに 1.3×10^{-4} Pa $\sim 1.2 \times 10^{-2}$ Paの酸素を導入し、0次光を照射して炭素汚染を除去する実験を行なった。実験中のBL-13Aの基幹部の圧力は $< 1.6 \times 10^{-8}$ Pa。



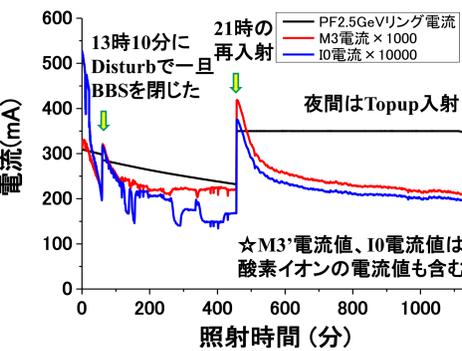
炭素汚染除去の模式図



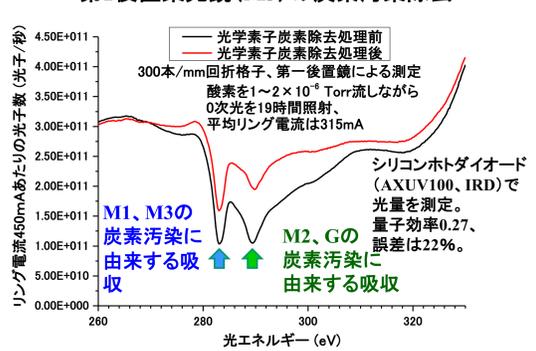
(写真) in situ炭素汚染除去中の平面鏡(M2)。0次光照射領域で酸素分子が解離し、強く発光している。

(写真) 炭素汚染除去後の平面鏡(M2)。0次光照射領域のみで炭素が除去されている。

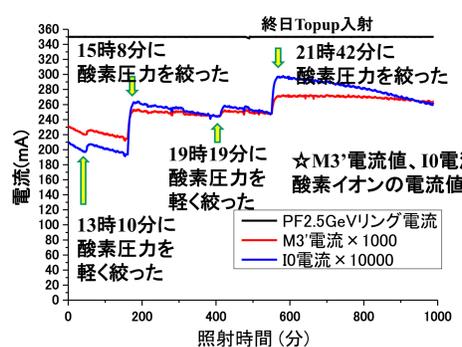
300本/mm回折格子と平面鏡の炭素汚染除去中のリング電流値、M3電流値、I0電流値(2011年7月5日)



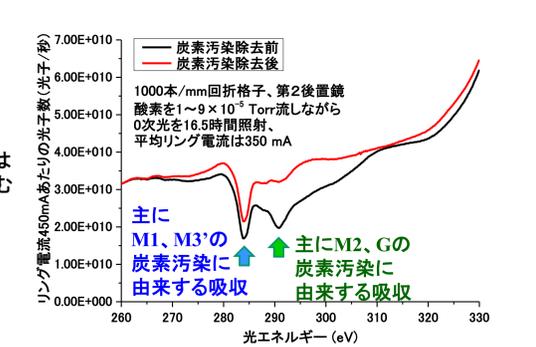
300本/mm回折格子(G)と平面鏡(M2)、第1後置集光鏡(M3)の炭素汚染除去



1000本/mm回折格子と平面鏡の炭素汚染除去中のリング電流値、M3電流値、I0電流値(2011年7月6日)



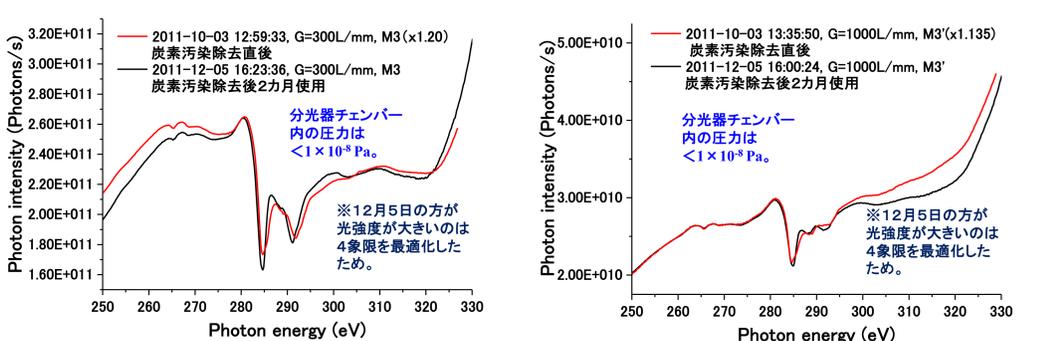
1000本/mm回折格子(G)と平面鏡(M2)、第2後置集光鏡(M3')の炭素汚染除去



★回折格子(G)と平面鏡(M2)、後置集光鏡(M3)は $1.3 \times 10^{-3} \sim 1.2 \times 10^{-2}$ Paの酸素を流しながら、0次光を16.5時間照射することで、ほぼ清浄化できた。前置鏡(M1)を清浄化できなかったのは、前置鏡チェンバー内の酸素ガスの圧力が $< 6 \times 10^{-5}$ Paと低かったためと考えられる。

5. 炭素汚染の進行

炭素汚染除去後の光量と、その後約2か月間使用した後の光量を比較。



★光学素子チェンバーの圧力を $< 1 \times 10^{-8}$ Paに保つと光学素子の炭素汚染の進行はある程度抑えられる。

6. まとめ

- 分光器チェンバーに $1.3 \times 10^{-4} \sim 2.6 \times 10^{-4}$ Paの酸素ガスを流しながら0次光を18.9時間照射(平均リング電流は315mA)し、照射前後で260-330 eVの範囲で光量スペクトル(光学素子の吸収スペクトルに対応)を測定した。その結果、平面鏡(M2)、300本/mm回折格子(G)は50%くらい清浄化できたことを確認した。
- 分光器チェンバーに $1.3 \times 10^{-3} \sim 1.2 \times 10^{-2}$ Paの酸素ガスを流しながら0次光を14.5時間照射(平均リング電流は350mA)し、照射前後で260-330 eVの範囲で光量スペクトルを測定した。その結果、平面鏡(M2)、1000本/mm回折格子(G)はほぼ清浄化できたことを確認した。
- 前置集光鏡(M1)は取り外してSPring-8にて100℃でオゾン洗浄を10分間実施した。炭素汚染が除去できたことを目視で確認した。光量測定からもM1がある程度清浄化されたことを確認した。
- 分光器チェンバーの圧力を $< 1 \times 10^{-8}$ Paに保つと光学素子の炭素汚染の進行はある程度抑えられる。

今後の課題

- 前置鏡(M1)のin situ炭素汚染除去実験を行なう。
- In situ炭素汚染除去を改良し、炭素除去に要する時間を短縮する。
- In situ炭素汚染防止法を開発する。
- BL-13A以外のVSXビームラインの光学素子の炭素汚染を除去する。

謝辞

炭素汚染除去について多数のアドバイスをいただくとともに、光学素子のオゾン洗浄および、洗浄前後の表面粗さ測定を快く引き受けていただきました(財)高輝度光科学研究センター 光源・光学系部門 グルーリーダーの大橋彦彦さん、テクニカルスタッフの三浦孝紀さんに深く感謝いたします。また、in situ炭素汚染除去実験をサポートくださったPFスタッフ、加速器第7系の皆様にも感謝いたします。