

NanoTerasu 共用ビームライン BL13U について

公益財団法人高輝度光科学研究センター
ナノテラス事業推進室

脇 田 高 徳

Abstract

NanoTerasu では、3 本の軟 X 線ビームライン (BL02U、BL06U、BL13U) が共用ビームラインとして建設され、本年 3 月から共用利用が開始された。軟 X 線吸収分光のビームラインである BL13U は、世界的にみても屈指の特色を有する。本稿では、利用者がそのようなビームラインの特色を十分に活かして、共用課題申請や共同課題実験を実施していただけるよう、BL13U が持っているその特筆すべき特徴と、現状および将来計画について紹介させていただく。

1. はじめに

X 線吸収分光 (XAS) は、前世紀半ばに放射光による分光測定を試みが始まった当初から、放射光を利用した測定技法の主要な柱の一つで有り続けている。使用されるエネルギーは軟 X 線から硬 X 線までに及ぶ。この手法では元素選択的に部分状態密度や局所構造について情報を抽出できる。さらに、外部磁場を印可して吸収強度の磁気円二色性 (MCD) を測定することで、強磁性体の軌道およびスピン磁気モーメントを定量解析することも可能である。また、強磁性体の MCD や反強磁性体の磁気線二色性 (MLD) の顕微分光測定から強磁性磁区構造や反強磁性磁区構造を可視化することもできる。

このような X 線吸収分光を主要な測定手法とする軟 X 線ビームラインである BL13U は、後述するように、世界的にみても屈指の特色を有しており^[1-3]、その特徴と現状および将来計画について以下に紹介させていただく。

2. BL13U の特徴

BL13U は、令和 2 年 3 月の次世代放射光施設利用研究検討委員会の報告書においてビームラインの概形がその形を現し、量子科学技術研究開発機構 (QST) においてさらに検討が進められて令和 4 年度から現地建設作業が開始された。加速器や ID の設置が進み、令和 5 年初めからビームライン光学系装置の設置作業が開始され、令和 5 年の 12 月に 1st

ビームを観測、令和 5 年度末に完成し、令和 6 年度の試験的共用を経て、本年 3 月から共用利用が開始された。

BL13U の特徴を端的に表す点として、二つだけを特に挙げるとすれば、それは、

1. 軟 X 線領域における偏光の高速スイッチングが可能な光源を有すること
2. 180 eV から 3000 eV までにおよぶ広いエネルギー範囲での高強度の X 線が利用できることの二点である。この節では、この二点について少々詳しく紹介する。なお、この第 2 節で紹介させていただく BL13U の設計および建設・整備は、QST により実施されたものである。高輝度光科学研究センター (JASRI) は、昨年 4 月より登録施設利用推進機関として共用利用に関わる業務を担当しており、JASRI の関わった整備については第 3 節以降に適宜紹介させていただく。

2.1 高速偏光スイッチングの実現

スピントロニクス材料開発の最前線では、MCD や MLD の微小なシグナルを顕微分光測定する必要がしばしば生じる。そのような測定を高精度かつハイスループットで実現するには、高速での偏光スイッチングが必須となる。

高速偏光スイッチングは、可視光領域や硬 X 線領域では適切な偏光子の利用により容易に実現されている。一方で、軟 X 線領域では、X 線と電子との

相互作用が強く、X線が簡単に吸収されてしまうため、透過型の素子の開発は困難である。一方、反射型の素子としては特殊な多層膜が開発されているが、現在のところ特定のエネルギーでの利用に限られている。そうした軟X線領域において、任意のエネルギーにおける任意の偏光を利用する手段としては、現状では放射光の利用が唯一の解となっている。とりわけ、アンジュレーターは、磁石列を適切に選ぶことで各種の偏光を自在に生み出すことができる。中でも、APPLE II型アンジュレーターは、上下二組ずつの計4つの磁石列から構成され、その相対位置を変えることで、任意の角度の直線偏光や左右円偏光、楕円偏光を一台のアンジュレーターにて生成できる。当然、スイッチングへの利用も試みられており、SPring-8のBL23SUにおいて、APPLE II型アンジュレーターの磁石列の機械駆動による偏光スイッチング（～0.1 Hz）が実現された^[4]。しかしながら、このような機械駆動では、偏光スイッチングのスピードを上げることが難しい。

放射光の偏光を高速でスイッチングする方式の一つとして、これまでに「直列2台」のアンジュレーター（蓄積リングの直線部を2台のアンジュレーターで分割している、という意味で「分割アン

ジュレーター（Segmented Undulator）」とよばれることがある）とキッカーマグネットを利用する方法がいくつか考え出されている^[5]。例えば、SPring-8のBL25SUでは、直列2台のヘリカルアンジュレーターをそれぞれ右円偏光と左円偏光に設定し、2台のアンジュレーターの前後及び中間に設置された計5つのキッカーマグネットにより、アンジュレーター内の軌道を交互に変調させることで、どちらか一方の放射光のみを交互に取り出すことを可能にし、それによって高速スイッチングが実現されている^[6]。上述のSPring-8のBL23SUにおいても現在はこの方式が採用されている。しかしながら、第4世代の蓄積リングでは、低エミッタンスの実現とキッカーマグネットによる電子軌道の大きな変調とを両立させることができない。

2台の分割アンジュレーターを使って偏光スイッチングを実現する、まったく別の方式としては、分割クロス・アンジュレーター（Segmented Cross Undulator）の提案がある^[7]。分割クロス・アンジュレーターとは、直列2台のアンジュレーターを、水平偏光と垂直偏光にそれぞれ設定し、各アンジュレーターから生成される直交する二つの直線偏光を、例えば 90° （ $\pi/2$ ）あるいは -90° （ $-\pi/2$ ）の位相差で

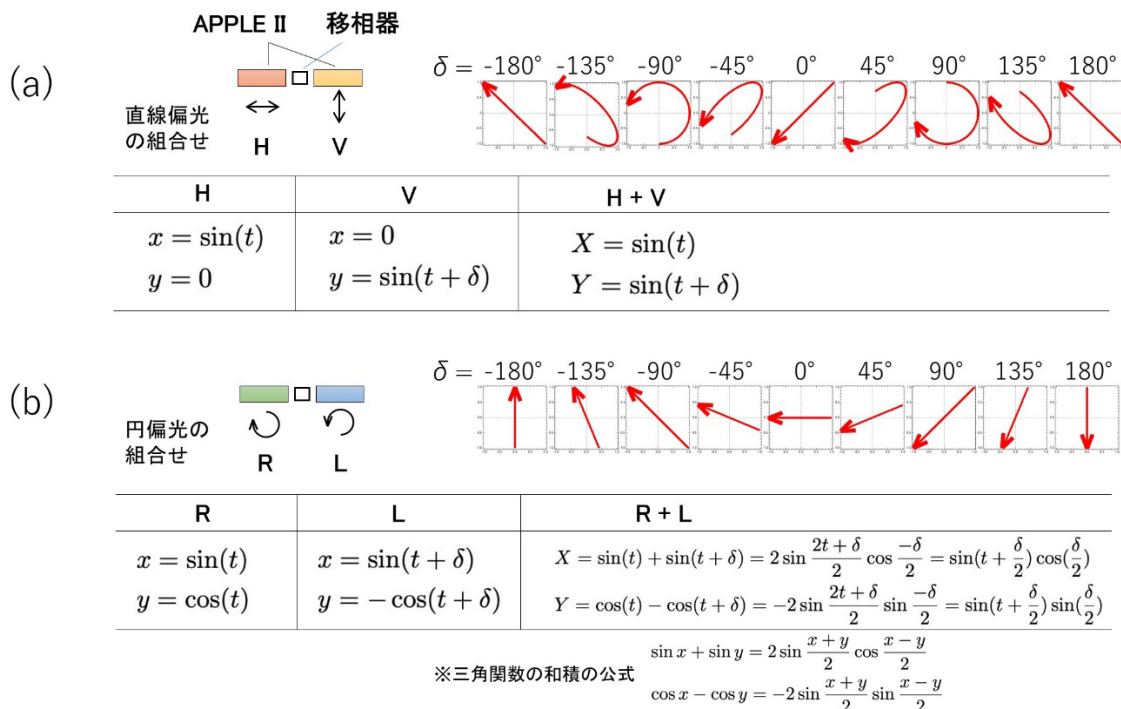


図1 分割クロス・アンジュレーターの (a) 直線偏光の重ね合わせ、及び (b) 円偏光の重ね合わせ。

IDの設定		使用ID	3次光の利用	利用可能な エネルギー範囲	高速スイッチング の利用	移相器により生成 する位相差	偏光度	
円 偏 光	右 (R)	Segmented U R R R R	ID1~4	不可	185 - 1450 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U L R L R	ID2	不可	185 - 1450 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U V H V H	ID1~4	可	260 - 3000 eV	可	$\pi/2, -\pi/2, \pi/2$	FEスリット 幅に依存
	左 (L)	Segmented U L L L L	ID1 ~4	不可	185 - 1450 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U L R L R	ID3	不可	185 - 1450 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U V H V H	ID1~4	可	260 - 3000 eV	可	$-\pi/2, \pi/2, -\pi/2$	FEスリット 幅に依存
直 線 偏 光	水平 (H)	Segmented U H H H H	ID1~4	可	180 - 3000 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U V H V H	ID2	可	180 - 3000 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U L R L R	ID1~4	不可	185 - 1450 eV	可	0, 0, 0	FEスリット 幅に依存
	垂直 (V)	Segmented U V V V V	ID1~4	可	260 - 3000 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U V H V H	ID3	可	260 - 3000 eV	不可	0, 0, 0	100 %
		Segmented Cross U L R L R	ID1~4	不可	185 - 1450 eV	可	$\pi, -\pi, \pi$	FEスリット 幅に依存

表1 4台の分割アンジュレーターの設定とその特徴のまとめ

重ね合わせることで右あるいは左円偏光を生成する、というシンプルなアイデアに基礎をおく方式である（図1 (a)）。任意の偏光の生成およびそのスイッチングを実現するには位相差をどのように制御するのがポイントとなる。二つのアンジュレーターで生成される放射光の偏光の位相差は、アンジュレーター内の電子のアンジュレーション軌道の位相差に対応する。そこで、アンジュレーター間に短い蛇行軌道をつくる移相器（電磁石）を挿入すると、電流値を適切に設定することで任意の位相差を設定することが可能となる。あとは、移相器の電流値の高速制御を実装することで、高速スイッチングが実現することになる。加えて、もしも直列2台のアンジュレーターを直線偏光ではなく、左右円偏光に設定するならば、左右円偏光を任意の位相差で重ね合わせることで、任意の方向の直線偏光を生成することも可能となる（図1 (b)）。このような移相器を用いるスイッチングは、キッカーマグネットを使用する場合と比較して、蓄積リングの電子軌道への擾乱が大きく改善される。

ただし、2台の分割クロス・アンジュレーターの放射光の重ね合わせで作られる円偏光（および直線偏光）の偏光度は残念ながら高くない^[7]。しかしな

がら、分割クロス・アンジュレーターの数を直列に増やしていくと、偏光度が大きく改善されることが報告されており^[8]、しかも、分割クロス・アンジュレーターを2セット、すなわち4台のアンジュレーターを使用するだけでも十分な改善が見出されている^[9]。

そこで、BL13Uではナノテラスの蓄積リングの直線部の長さを考慮し、4台のAPPLE II型アンジュレーターが導入されている^[1-3]。分割クロス・アンジュレーターの先行事例としては、SPring-8のBL07LSUにおいて熱負荷低減のため採用された8の字アンジュレーター（水平・垂直直線偏光を生成できる）を8台用いた分割クロス・アンジュレーターが既に実現されており、スイッチングのスピードは13 Hz（77ms周期）が達成されている^[10]。このような移相器によるスイッチング方式は、30 Hz以上（33ms周期）でも機能可能であるとの報告もあり^[11]、より高速でのスイッチングの実現性も高い。

なお、分割クロス・アンジュレーターから生成される円偏光や直線偏光では、強度分布の中心付近の偏光度が高く、そこから外れると偏光度が低下する。4台の分割アンジュレーターの場合、このような偏光度についてのシミュレーションから、最上流のフロントエンド（FE）スリットの幅をある程度狭

く（ビームプロファイルの 4σ の75%）設定することにより、強度はやや犠牲になるものの、1次光の偏光度を90%以上（3次光（円偏光）では85%以上）に保てることが示されている^[9]。

2.2 広エネルギー範囲・高強度の実現

軟X線吸収分光では、偏光の利用とともに、どのようなエネルギー範囲のX線が利用できるのかが重要である。例えば、岩石中の生体細胞の分布を調べたいとき、生体以外の化合物としても自然界に豊富に存在している炭素（C K端～280eV）や窒素（N K端～400eV）の分布に加え、リン（P K端～2150eV）や硫黄（S K端～2470eV）の分布を同時に測定できれば、分布の重なり合ったところに生体が存在している可能性が高いと判断できる。従って、このような場合には、これらの広いエネルギー範囲に存在する吸収端を同時に測定できることが、極めて大きなメリットとなる。

BL13UのAPPLE II型アンジュレーターは、56 mm×10周期の磁石列を有し、水平（垂直）直線偏光の設定では1次光および3次光を利用することで180–3000 eV（260–3000 eV）の非常に広いエネルギー範囲の光源として利用可能である。一方、左右円偏光の設定では高次光が中心軸から外れて放射されるため3次光が利用出来ず、185–1450 eVの光源として利用可能である。しかしながら、分割クロス・アンジュレーターにて直線偏光の重ね合わせで円偏光を生成すれば、260–3000 eVのエネルギー範囲が利用可能となる。BL13Uにおける各種偏光を利用する際の分割アンジュレーターのそれぞれの設定およびそのエネルギー範囲等の特徴を、表1にまとめた（現状で使用可能な設定および今後の整備予定については3.1節および4.1節を参照されたい）。

このように、BL13Uの分割アンジュレーターか

らは、180–3000 eVの広いエネルギー範囲のX線が生成される。しかしながら、実際にエンドステーションにおいて、それらのX線を高強度で利用可能とするためには、それ相応の工夫が必要となる。鍵となるのは、ビームラインを構成する各光学素子（図2）の反射率を当該エネルギー範囲において高く保つことである。その目的を達成するため、前置集光鏡（M0、M1）、ブランチ切り替え用平面鏡（M3）、後置集光鏡（M4）は、すべて入射角（反射角）が 89° に設定されている。また、分光器を構成する平面鏡（M2）および回折格子（G）は、偏角（入射角 α と反射角 β の和）が可変であり、 $\cos\alpha/\cos\beta$ の比（ c_H ）を一定とすることでエネルギー収差を低減するとともに、高エネルギー側で偏角がより大きな値をとるため、反射率の低下防止に役立っている。

加えて、M1およびM2の表面は、（1）素地のSiが露出しているところ、（2）Auコーティングされているところ、（3）Pdコーティングされているところの3つに分かれており、ミラーの位置を光軸に垂直な方向に沿って変位させることで、反射面の元素が選べるようになっている。M3では、Si面とPd面の二つから選択可能である。Si面は低エネルギー領域、Pd面は高エネルギー領域、Au面はその中間のエネルギー領域でそれぞれ相対的に高い反射率を有するため、使用するエネルギー領域に応じて反射面を選択することで、全エネルギー範囲で十分な反射率を設定することができる（なお、光軸と垂直な方向に曲率をもつM0および二つのM4（ウォルターミラーとトロイダルミラー）については、それぞれAu、Pd、Auの単一のコート面が採用されており、選択性は付与されていない）。

さらに、回折格子の表面においても回折効率の低下を避けるための二つの工夫が施されている。一つは、広いエネルギー範囲で高い回折効率を示すラ

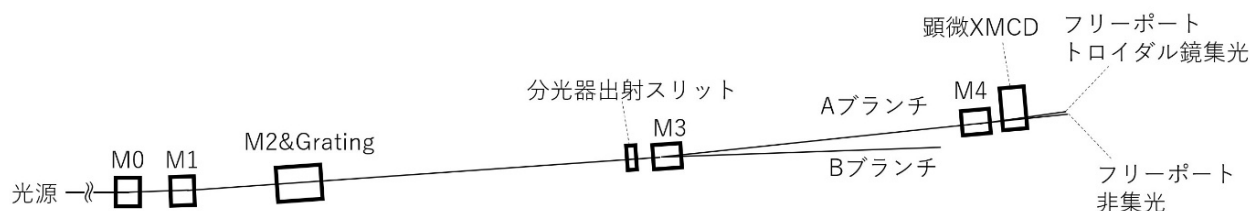


図2 BL13Uを構成する光学素子の配置の模式図。

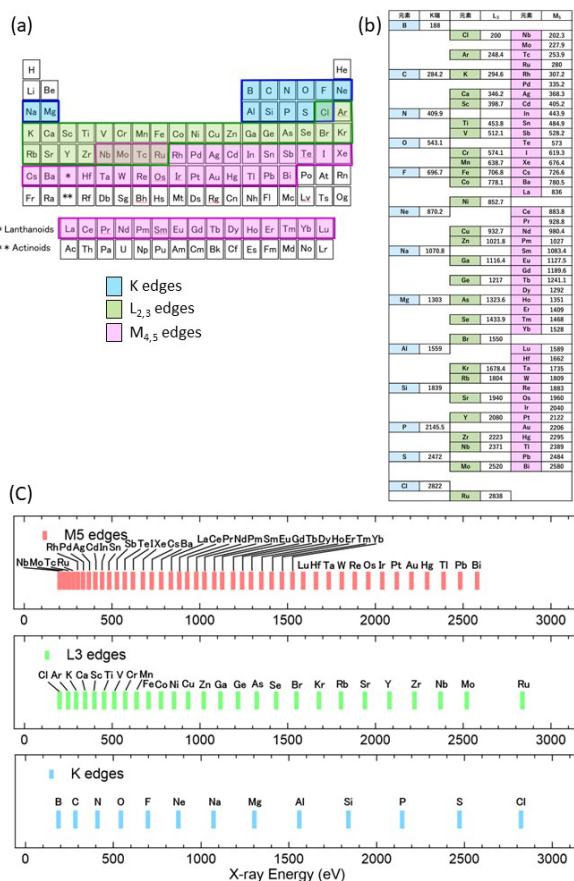


図3 180eV～3000eVの範囲にて(a)測定可能な吸収端を有する元素、(b)吸収端のエネルギー値の一覧、および(c)そのプロット。

ミナー型の刻線形状が選択されている。二つ目には、刻線深さ10nmのAuコート面、刻線深さ10nmのPdコート面、刻線深さ20nmのPdコート面の3種類が、一つの回折格子に平行に加工されており、光軸に対して垂直な方向の変位によって、そのうちのひとつを選択できるようになっている。これらの工夫、および前述の偏角が可変であるという特徴、さらには小さな光源点であることにより光学素子上で放射光が有効領域をはみ出さないような入射角の範囲を広く設定できることによって、BL13Uでは180-3000eVの広いエネルギー領域を、一つの回折格子(中心刻線密度600本/mm)によってカバーすることが可能となっている。既存の多くの軟X線のビームラインでは、使用するエネルギー領域に応じて複数の回折格子を使い分けたり、高エネルギー側では結晶分光器を併用したりする方式が採用されてきた。そうした中であって、BL13Uにおいては、180-3000eVの広いエネルギー範囲を一つの回折格

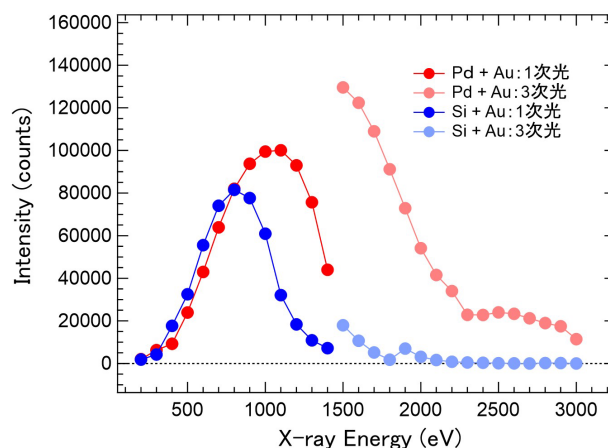


図4 X線強度のX線エネルギー依存性。偏光は水平直線偏光。

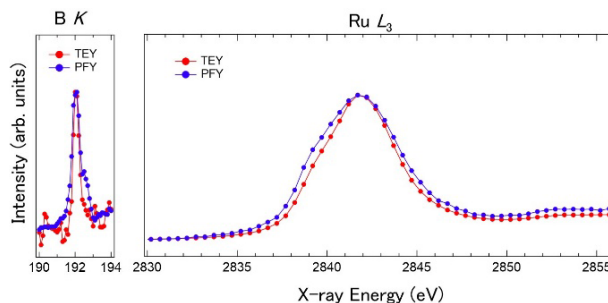


図5 BN粉末のB K端近傍のX線吸収スペクトルおよび RuO_2 粉末のRu L_3 端近傍のX線吸収スペクトル。それぞれTEYおよびPFYにて測定。ピーク強度にて規格化して示している。

子により利用可能とする特徴は、特筆すべき点である。この特徴により、光軸調整が極めて簡便になるとともに、本年3月から開始された共用実験においても、ユーザーに対して非常に高い利便性を提供している。

180-3000eVの放射光が利用可能であることにより、図3に示したような広範な各種吸収端について測定を実施することが可能である。各吸収端のエネルギー値は文献^[12]の値を記載している。なお、放射性同位体のみ存在する元素は測定することができないため、除外している。また、実際に試料を持ち込んで実験を行うことが可能か否かについては、当該試料の状態、毒性、放射性等の諸要素を考慮する必要がある。そのため、図3に記載された元素が、必ずしも実験対象として受け入れ可能であるとは限らない点に留意されたい。

図4は、実際に放射光の強度のX線エネルギー依存性を水平直線偏光の場合について測定した結果で

ある。主としてPd面と若干のAu面を用いた設定（高エネルギー側で強い強度が得られる）と、主としてSi面と若干のAu面を混ぜた設定（低エネルギー側で強い強度が得られる）における測定結果を比較している。コート面選択の参考にご利用いただきたい。なお、主としてSi面を用いる設定は、2000eV以上の高次光の除去にも活用できる。

図5は、後述の汎用XAS装置にて試験測定した際のBN粉末のBK端スペクトルと、RuO₂粉末のRuL₃端スペクトルである。BL13Uで使用可能なエネルギー範囲の両端付近で、全電子収量（TEY）および部分蛍光収量（PFY）が、ともに十分な強度での測定ができていることが見て取れる（BN粉末は導電性が低いためBK端のTEYはS/N比が不十分であるが、繰り返し測定により高S/N比での測定が可能である）。TEYとPFYの各スペクトル構造に見られる差異は、後述の表面成分とバルク成分の違いを反映していると考えられる。

エネルギー分解能の設計値は、全エネルギー領域で $E/\Delta E = 10000$ と計算されており、実際、窒素ガスのイオン収量測定から、400eV前後において $E/\Delta E \sim 11000$ であることが確認されている^[3]。また、分光後のフラックスについては、500–1000eVの範囲で 10^{12} photons/s以上と計算されており、それ以外のほとんどのエネルギー領域では 10^{11} photons/s以上と計算されている（3000eV近傍では 10^{11} photons/sをわずかに下回る）^[2]。

次節では、分割アンジュレーターおよびエンドステーションの現在の状況について述べる。

3. BL13Uの現在

3.1 分割アンジュレーター

分割クロス・アンジュレーターと移相器を用いた偏光スイッチングは、蓄積リングの電子軌道へ与える影響が小さいとはいえ、第四世代の蓄積リングの一部として調和させるには、やはり様々な要素技術の開発が必要となる。すなわち、

- 電磁石移相器高速制御システムの開発
- スwitchング時の電子ビーム軌道への影響の低減
- アンジュレーターのギャップ値と移相器の電流値を適切に同期させる方法の確立

がそれぞれ完遂されねばならない。現在、BL13Uでは ~ 10 Hzの高速スイッチングの早期実現を目指してQSTによる開発が進められている。現状では4台のアンジュレーターをクロス・アンジュレーターの配置に設定して（高速スイッチングはせずに）任意のギャップ値で使用できるところまで整備が進んでいる。

一方で、ギャップ値と移相器の電流値を適切に同期させるプログラムは現在も開発中である。そのため、現在の運用では4台あるアンジュレーターの内、1台のアンジュレーターのみを使用する形態にて共用実験を実施している。これは、アンジュレーター1台でも十分に強い放射光強度が得られていること

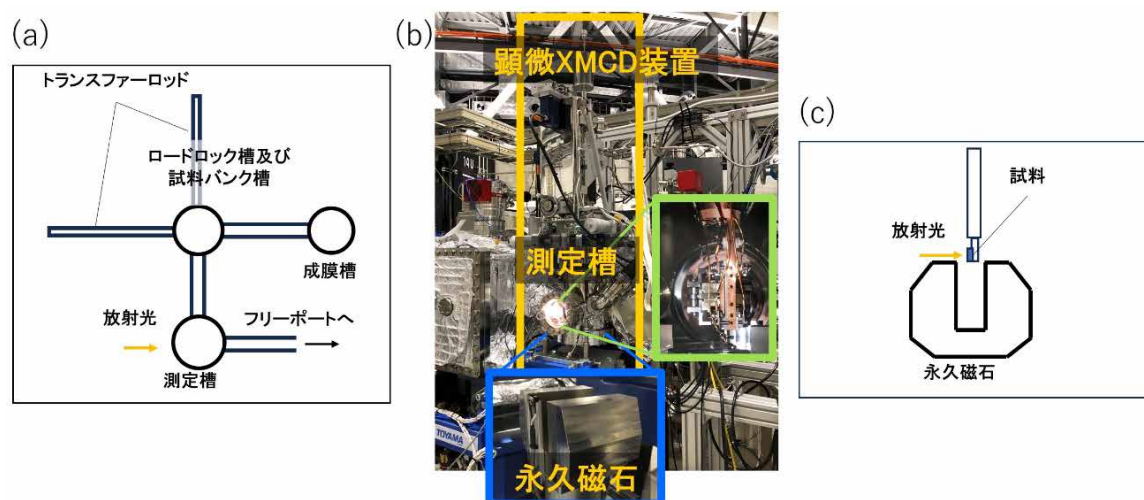


図6 (a) 顕微XMCD (μXMCD) 装置全体を上から見たときの模式図、(b) 測定槽、(c) 磁場印可時の永久磁石の配置の模式図

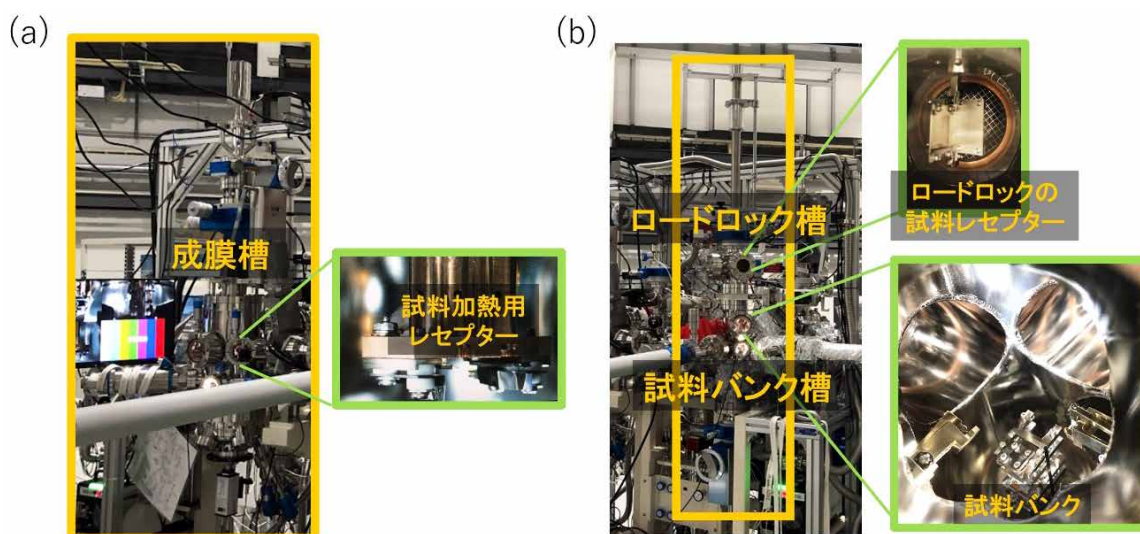


図7 (a) 成膜槽、(b) ロードロック槽及び試料バンク槽

に加え、1台で使用することで偏光度が最も高い条件で放射光を利用することによる。偏光としては左右円偏光および水平・垂直直線偏光が利用できる。円偏光（直線偏光）を用いる際は、2番目のアンジュレーターにより右円偏光（水平直線偏光）を使用し、3番目のアンジュレーターにより左円偏光（垂直直線偏光）を使用する。使用しないアンジュレーターは、ギャップを最大値（Full open）に設定する。これにより、他のアンジュレーターからのX線が混ざることによる偏光度の低下を防止している。2番目と3番目のアンジュレーターを使用する理由は、ビームライン設計上の光源点が2番目と3番目のアンジュレーターの間地点に設定されており、実際の光源点とのズレによる設計値からのズレが相対的に小さいと期待されることによる。なお、この運用は暫定的なものであり、いずれは4台すべてを活用して実験が実施できるよう整備される予定である（表1および4.1節参照）。

3.2 顕微XMCD (μ XMCD) 装置

Aブランチには、常設の測定装置として顕微XMCD (μ XMCD) 装置がQSTにより整備されている。この装置はロードロック槽と超高真空環境 (10^{-7} ~ 10^{-8} Pa) の測定槽、試料バンク槽および成膜槽から構成され、試料は各真空槽間を真空環境下にて移送可能である。（図6 (a)）。測定槽（図6 (b)）は、2つある後置集光鏡（M4）の内、ウォルターミラー

の集光点に設置されている。このウォルターミラーは幾何光学の範囲にて、集光点においてX線のサイズを分光器の出射スリットのサイズの1/20に縮小できる設計となっている。実際に観測される最小サイズは、集光点において $3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$ 程度である。また、測定槽内では永久磁石により160mTの磁場を試料に印可できる（図6 (c)）。磁場の印可方向は水平面内で自由に設定可能である。

試料はいわゆるオミクロンプレートと呼ばれる試料キャリア（図8 (a)）上に設置・固定した状態でロードロック槽に封入する（この試料キャリアの規格はBL02U、BL06Uと共通となっている。後述の通電加熱用試料キャリアはBL06Uと共通である）。ロードロック槽（図7 (b)）には、4つまで試料を封入することができる。また、ロードロック槽直下の試料バンク槽（図7 (b)）には、10個まで試料キャリアを保持できる。試料バンク槽には成膜槽（図7 (a)）が併設されており、この成膜槽を

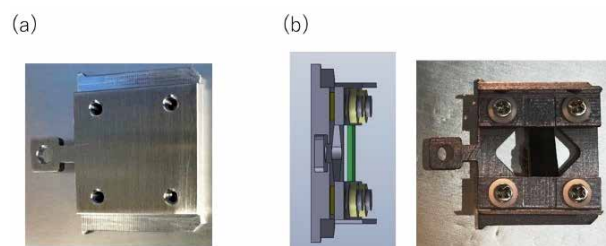


図8 (a) オミクロンプレート型試料キャリアー。
(b) 通電加熱用の試料キャリアー（中央にXEOL測定用の穴が開いている）。

用いると金属膜の作製や通電加熱による試料加熱ができる。なお、通電加熱には専用の試料キャリアを使用する（図8 (b)）。通電加熱は、測定槽でも実施可能であり、加えて電流を流しながら、あるいは電圧を印可しながらの測定も実施可能である。試料は液体窒素による冷やし切りにより、160 Kまで冷却することができる。

ロードロック槽への試料封入後は、試料からのガス放出の程度に応じて、1~2時間程度の真空引き後、 10^{-5} Pa台の前半に到達したところで、測定槽への試料の移送を開始している。

測定手法としては、TEY、PFY、X線励起可視発光（XEOL）収量によるXAS測定が可能である。TEYでは試料電流計測器を用いて計測し、PFYではシリコンドリフト検出器（SDD）、XEOL収量ではフォトダイオードを用いて、それぞれ計測する。

SDDによるPFY測定では、専用ソフトウェアを用いて、まず蛍光スペクトルを測定し、そのスペクトルの中から特定の元素に対応する注目エネルギー領域（ROI）を最大4つまで設定する。設定したROIの範囲で積分した信号強度（PFY）を特定の吸収端近傍でX線のエネルギーを変化させながら計測することで、X線吸収スペクトルが得られる。同時に、各測定点のエネルギーと、その測定点での蛍光スペクトルとのマトリクスのファイルも保存される（このマトリクスを使用することで、蛍光スペクトルの確認や、改めてROIを設定して対応するX線吸収スペクトルを得ることもできる）。このPFYの信号はTEYの信号と同時に計測することができる。加えて、特定のエネルギーのX線照射下で計測される各ROIの積分信号強度を、試料位置について二次元走査することで、各ROIに対応する元素の二次元分布のマッピングデータも取得できる。

ところで、TEYとPFYでは検出深さが異なっており、TEYでは測定する吸収端以降のX線エネルギーで励起されるオージェ電子の脱出深さ（～数nm）に主として依存する。一方、PFYでは、蛍光X線の脱出深さ（～ μm ）に依存する。したがって、TEYスペクトルの方が表面の情報（表面成分）をより多く有し、PFYスペクトルの方が試料内部（バルク）の情報（バルク成分）をより多く有する。

TEYとPFYが同時計測できることにより、エネルギー的に分離している表面成分とバルク成分については、両者の相対強度の変化からそれぞれを区別することが可能となる。

ただし、PFYでは、測定したい元素の試料中の濃度が高い場合や、試料の厚さが厚い場合には、いわゆる自己吸収効果によるスペクトルの歪みが生じる^[13]。もしも、そのような試料を、元素や濃度に依存して決まる粒径（数十nm～数百nm）以下のサイズの粒子に粉末化することができれば、例えば、そのような粉末をカーボンテープ上にうっすらと塗布することで、実質的な濃度を下げ、スペクトルの歪みを避けることが可能である。あるいは、やはり元素や濃度に依存して決まる膜厚（数十nm～数百nm）以下の厚さでの薄膜化が可能である場合には、同様にスペクトルの歪みを避けることができる。

また、酸素よりも原子番号の大きい元素の酸化物では、高濃度の場合や厚さが厚い場合においても、歪みのないX線吸収スペクトルを得る方法が知られている^[14]。酸素の結合相手の元素の吸収端において酸素のPFYを計測すると、結合相手の吸収が強くなる吸収端以上のエネルギー領域において、酸素のPFYの減少が観測される。このとき、酸素のPFYを入射光の強度で規格化した後に逆数をとると、酸素の結合相手の元素の歪みのないX線吸収スペクトルが得られることが見出され、逆PFY（Inverse partial fluorescence yield, IPFY）法と呼ばれている。IPFY測定も、同時計測が可能である。

XEOL収量によるXAS測定とは、X線励起により可視発光する基板上に作成された薄膜試料系において、薄膜試料を透過したX線により基板内でXEOLが生じることを利用する手法であり、その収量から透過型のX線吸収スペクトルが得られる。顕微XMCD装置の測定槽では、XEOL収量を測定するため、マニピュレーター先端に設置した試料の裏面側にフォトダイオードが装着できるようになっている。また、あらかじめ中央に穴の開いた試料キャリアー上に試料を設置することで、基板で生じたXEOLのシグナルが裏面のフォトダイオードにより検出できる仕組みとなっている。XEOL収量のシグナルも、TEYおよびPFYのシグナルと同時計測す

ることができる。十分なXEOL収量が得られる基板の選定 (MgO や $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ (GGG) など) と、透過型測定に最適な膜厚についての制限はあるものの、条件を満たす試料については、バルクの情報を得る手法として活用が期待される。

これらのXAS測定および二次元マッピング測定では、試料位置をいくつか変えながら一連のXAS測定を実施したり、あるいはX線のエネルギーを吸収端の前後でいくつか変えながら一連の二次元マッピング測定を実施したりする場合がある。BL13Uではそのような一連の測定を自動化するシーケンスプログラムをJASRIが開発し、ユーザー利用課題に提供している。このプログラムを活用してもらうことで、昼間に実験条件を確定し、夜間に長時間の自動測定を実施するような実験の遂行が可能となっている。

3.3 汎用XAS装置（トロイダルミラーの集光光軸上のフリーポート）

Aブランチの顕微XMCD装置の下流側は、フリーポートが二つ準備されている。一つは、後置鏡のトロイダルミラーにより集光したX線が利用可能なポートであり、もう一つは、S2スリット後の非集光の状態のX線がそのまま利用可能なポートである。

トロイダルミラーは、幾何光学の範囲において、X線のサイズを集光点で分光器の出射スリットの

サイズの1/4に縮小できる設計となっている。実際に観測される最小サイズは、集光点において $17\mu\text{m}$ (H) $\times$ $10\mu\text{m}$ (V) 程度である。前節で紹介した顕微XMCD装置は超高真空装置であるが、天然鉱物や生体試料など、超高真空環境下での測定にはなじまない試料についての研究需要も少なくない。そのような需要に対応するため、より圧力の高い環境下においても測定できる装置（汎用XAS装置）を、トロイダルミラーの集光光軸上のフリーポートにJASRIが製作・設置し、本年3月～4月にかけて立ち上げを行った（図9）。5月からは共同利用での運用も始まっている。この装置は、上流側に $\Phi 5\text{mm}$ のオリフィスが2か所に直列に設置された差動排気システムを装備し、 10^{-4}Pa 台の圧力でも上流側に影響を与えることなく実験を実施できる環境となっている。同装置ではTEY測定ができるとともに、SDDも装備しており、TEYとPFYの同時計測が可能となっている。また、顕微XMCD装置同様、試料位置をいくつか変えながらの一連のXAS測定の実施や、X線のエネルギーをいくつか変えながらの一連の二次元マッピング測定の実施を自動化するシーケンスプログラムを開発し、ユーザー利用課題に提供している。

汎用XAS装置における試料の導入については、現在のところ、測定槽をベントしてマニピュレーターの先端に多数の試料を並べた試料プレート（図

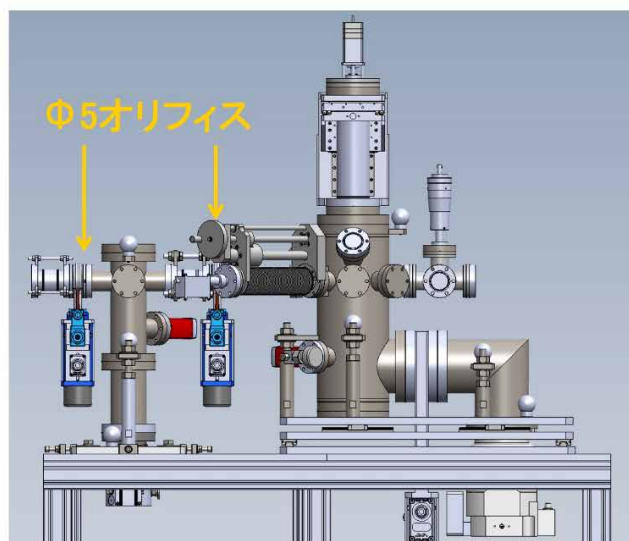
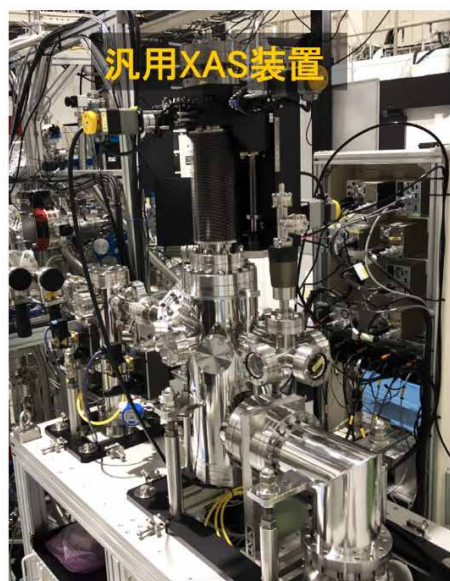


図9 汎用XAS装置

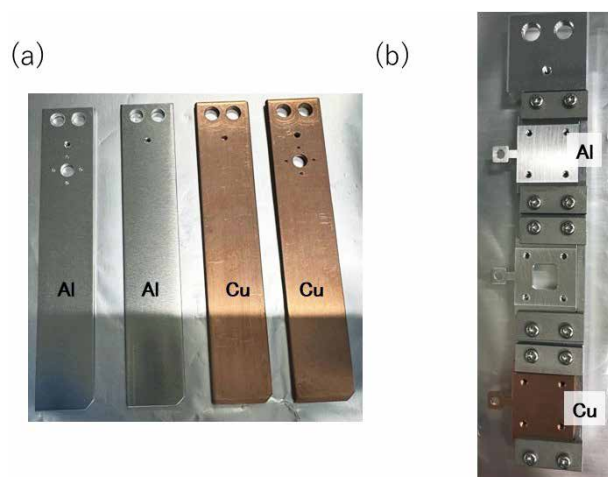


図10 (a) 汎用XAS用の試料プレート。一度に10個程度の試料を載せることが可能。(b) オミクロンプレートとそのレセプター。ロードロックが整備された際に使用予定。顕微XMCDで測定した試料をそのまま測定する用途にも使用できる。

10(a))を取り付け、真空引き開始後、 10^{-4} Pa台まで圧力が下がったところで実験を開始する形で運用している。今後は、ロードロック槽を追加し、測定槽をベントすることなく実験が開始できる方式も整備していく予定である(図10(b) および4.3節参照)。

3.4 事前試料導入準備槽(オフライン)及びグローブボックス

測定する試料によっては、ガス放出が多く、超高真空環境を保持できない場合もある。そのような場合には、事前に試料を真空引きして、ある程度の低圧にまでガス放出を抑えられる状態になってから

超高真空槽への移送を行うことが考えられる。そのような目的で使用する真空槽装置(事前試料導入準備槽)をJASRIが整備した(図11(a))。また、BL02Uの紹介記事にも記載されていたように、グローブボックス(図11(b))もJASRIで整備しており、嫌気性の試料の準備を実施することが可能となった。グローブボックスから大気にさらさずに測定槽に移送するためのスーツケースの利用は今後整備される予定である。

3.5 データ解析

BL13Uでは、測定した複数のデータをその場ですぐに比較したり、二次元マッピングのデータから測定したい試料位置を読み取ったりするため、市販の解析用のソフトウェアにおいてデータを迅速にその場で解析するためのマクロをJASRIで準備し、利用者に提供している。利用者はこのマクロのファイルをデータとともにコピーして持ち帰ることができる。また解析結果をテキストファイルに変換して保存し、持ち帰ることも可能となっている。

次節では、分割アンジュレーターおよびエンドステーションの今後の整備予定について述べる。

4. BL13Uでの今後の整備予定

4.1 分割アンジュレーターの整備

現在、偏光スイッチングの実現を最優先とする整備がQSTにより進められており、今年度から来年

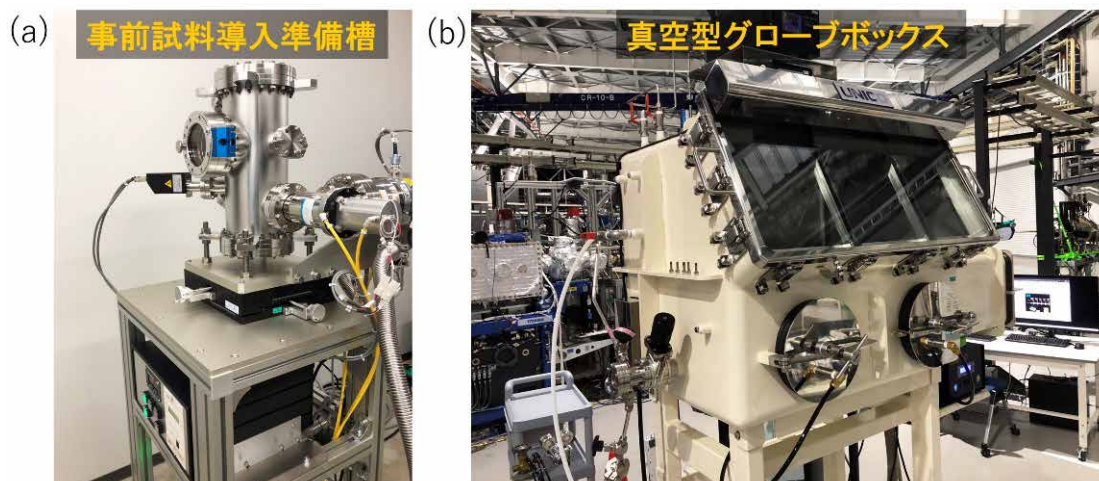


図11 (a) 事前試料導入準備槽、(b) グローブボックス

度にかけての期間内で、偏光スイッチングの利用開始を目指している。計画では、まずは4台の分割クロス・アンジュレーターを同時使用した数Hzでのスイッチングにて運用し、近い将来10Hzの実現を目指すことが予定されている。偏光スイッチングでは、直線偏光の重ね合わせにより円偏光を生成するため、直線偏光の3次光を利用して3000eVまでの円偏光が利用できるようになる。一方、円偏光の重ね合わせにより生成する直線偏光（スイッチングが可能）では、利用可能なエネルギーの上限が1450eVまでとなる（表1参照）。

4.2 顕微XMCD装置の整備

今年度あるいは来年度に予定されている整備としては、全蛍光収量測定（TFY）の整備がQSTにより予定されている。これは、SDDによるPFYではロックインアンプ測定に対応できないことから、蛍光収量法におけるロックインアンプ測定の需要に対応するためである。また、XAS測定のOn the fly測定や4台の分割クロス・アンジュレーターにおける任意の偏光の利用に向けて、対応する計測プログラムをQSTとJASRIが協力して整備していく予定である。試料周りに関しては、温度調整（液体He冷却と温調）の実装がQSTにより予定されている。

4.3 汎用XAS装置の整備

計測プログラムの整備は、上述の顕微XMCD装置と同様である。ここでは、今年度あるいは来年度にJASRIによって予定されているハードウェアの整備について述べる。現状では試料の導入は測定槽をベントしてマニピュレーター先端の試料プレートを付け替える形で実施しているが、測定槽をベントすること無く試料が導入できれば、試料導入に要するロスタイムを短縮することができる。そこで、オミクロンプレート型試料キャリアのレセプターを装備したロードロック槽を増設する予定である。また、試料の鉛直軸周りの回転角度を任意に変更するため、モーター駆動可能な差動排気付き回転導入器（differentially pumped rotary feedthrough, DPRF）をマニピュレーター上部に装備する予定である。

4.4 高磁場XMCD装置の整備

Aブランチの下流では、非集光フリーポートの延伸および超伝導電磁石による高磁場XMCD測定用ステーションの建設がQSTにより予定されている。2026A期から試験運用を開始し、早期のユーザー利用開始に向けた整備が進められる予定である。

4.5 Bブランチの整備

Bブランチでは、QSTによるフレネルゾーンプレートによる集光系を有する透過型のXAS測定実験ステーションの製作が予定されている。この装置では10nmの空間分解能の実現を目標としており、早期のユーザー利用開始に向けた整備が進められる予定である。

4.6 第一原理計算に取り組む利用者への支援

測定されたX線吸収スペクトルやXMCDスペクトルを、第一原理計算を用いて解析することで、より詳細な電子状態や局所構造の情報を得ることができる。これまでに多くの計算手法や計算コードが開発されており、理論計算を専門とする研究者ではなくても計算ソフトウェアに接することができる機会が増えてきている。しかしながら、そのような第一原理計算のソフトウェアを適切に使いこなすには専門家からの助言が欠かせない。そこで、JASRIでは、第一原理計算に取り組む非専門家の利用者に対し、希望があれば第一原理計算の専門家からの助言が得られる支援環境の整備を進めている。このような支援は、測定結果の研究的価値を高め、成果創出に直結し易くする効果を持つと共に、新規ユーザーが軟X線吸収分光へ参入する際の障壁を下げる効果ももたらすと期待される。

5. まとめと展望

ここまで紹介させていただいたように、BL13Uは、分割アンジュレーターによる高速偏光スイッチングと180–3000eVの放射光を高エネルギー分解能・高強度で利用できるという特筆すべき特徴を有するビームラインである。そのような放射光を活用するエンドステーションとして、現在、Aブランチには常設の顕微XMCD装置（QST）およびフリー

ポートの汎用XAS装置（JASRI）が製作され、共用実験にて運用されるとともに、それぞれの装置については、高機能化の整備も進められている状況にある。今後も、Aブランチの下流には超伝導電磁石による高磁場XMCD装置の製作（QST）が予定され、Bブランチにはフレネルゾーンプレートによるナノ集光X線を用いた透過型XAS装置の製作（QST）が予定されている。また、第一原理計算に取り組む非専門家の利用者への支援環境の整備（JASRI）も進めている。

これらの既定の整備・開発に加えて、大気圧環境下でのXAS測定システムの整備、あるいは偏光スイッチングを活用した複素誘電率測定^[15]や分割アンジュレーターを活用したベクトルビームの生成^[16]なども、BL13Uの可能性を最大限に引き出すという視点において、今後の重要な検討課題である。

なお、エンドステーションの整備状況は、課題公募時に公開されるビームライン情報の中に反映され更新されていく予定である。利用者の方々には注視していただきたい。ビームラインの共同利用は今春より始まったばかりであり、様々な追加整備が現在進行形であるが、今後BL13Uが世界の軟X線ビームラインの中で確固とした地位を築き、放射光科学の発展に大きく寄与していく姿を皆様に見ていただけたらと願っている。

6. 謝辞

これまで、BL13Uの設計・建設・立ち上げ・運用に関わってこられたQST、JASRIの関係者の方々をはじめとする、すべての方々に深く感謝申し上げます。とりわけ、QST NanoTerasuセンターの大坪嘉之博士、稲葉健斗博士、JASRIナノテラス事業推進室の本間徹生博士、小谷佳範博士、菅大暉博士、河合敬宏博士、小出明広博士、高垣昌史博士、横町和俊氏には本稿の作成において大変お世話になった。改めて心より御礼申し上げます。最後にNanoTerasuの運転・維持・管理に関わられているすべての方々に感謝の意を表する。

参考文献

- [1] Y. Ohtsubo *et al.*: *J. Phys.: Conf. Series* **2380** (2022) 012037.
- [2] 宮脇淳, 堀場弘司, 大坪嘉之, 放射光**37**, (2024) 95-103.
- [3] Y. Ohtsubo *et al.*: *J. Phys.: Conf. Series* **3010** (2025) 012079.
- [4] A. Agui *et al.*: *Rev. Sci. Instrum.* **72** (2001) 3191-3197.
- [5] G. Ingold *et al.*: *Proceedings of EPAC 2000*, Vienna, Austria (2000) 222-226.
- [6] T. Hara *et al.*: *J. Synchrotron Rad.*, **5** (1998) 426-427.
- [7] J. Bahrtdt *et al.*: *Rev. Sci. Instrum.* **63** (1992) 339-342.
- [8] T. Tanaka and H. Kitamura, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **490** (2002) 583-591.
- [9] I. Matsuda *et al.*: *e-J. Surf. Sci. Nanotechnol.* **17** (2019) 41-48.
- [10] S. Yamamoto *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **21** (2014) 352-365.
- [11] I. Matsuda *et al.*: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **767** (2014) 296.
- [12] A. C. Thompson *et al.*: *X-ray data booklet* (Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California, Berkeley, CA 2009) chap.1, 2-7.
- [13] 高橋嘉夫, 岩石鉱物科学**45** (2016) 93-98.
- [14] A. J. Achkar *et al.*: *Phys. Rev. B* **83** (R) (2011) 081106.
- [15] Y. Kubota *et al.*: *Phys. Rev. B* **96** (2017) 214417.
- [16] S. Matsuba *et al.*: *Appl. Phys. Lett.* **113** (2018) 021106.

脇田 高德 WAKITA Takanori

(公財) 高輝度光科学研究センター
ナノテラス事業推進室 利用研究推進グループ
〒980-8572 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉468-1-209室
TEL : 050-3502-6477
e-mail : wakita.takanori@jasri.jp