

三極 X 線光学ワークショップ報告

公益財団法人高輝度光科学研究センター
光源基盤部門 大橋 治彦

三極 X 線光学ワークショップ (3-way X-ray Optics Workshop: 3WXOW) が 2018 年 5 月 2 日に米国、アルゴンヌ国立研究所 (ANL) の放射光施設 APS において開催された。このワークショップは、2001 年 11 月に仏国グルノーブルの ESRF で行われた三極ワークショップからサテライトミーティングとなり、本体会合に先立って実施されてきた。類似の技術的要請と目標を共有する大型放射光施設間で、光学設計や製作において、情報や経験の交換や共同研究の奨励を行うインフォーマルな会合と位置づけられている。

第 1 回 3WXOW の主催者の一人である Dennis Mills (APS Deputy Director for X-ray Science) は、Welcome address でこのワークショップの歴史を振り返った。欧州・北米・亜細亜の三極持ち回りで 4 巡目に入るところで、今回は 2016 年 9 月に初めて PETRA III が会場となった。今回はサテライトとなってから 11 回目となり、APS では 2013 年 7 月以来である。以下、印象に残った講演について、プログラムに沿って散漫ではあるが簡単に紹介する。本稿執筆にあたり、出席者の矢橋牧名氏、玉作賢治氏にコメントを頂戴した。なお、各施設の将来計画も随所で触れられたが本体会議にて詳細があるため本報告では重複を避け割愛する。

Horst Schulte-Schrepping (PETRA III) は、DESY における 3 つの施設 (FLASH、PETRA III、PETRA III Extension) の現況を紹介した。約 1 年半前の開催当時、Extension ホールはハッチ建設直後であったが、新設のビームライン P21、22、23、24、61 が稼働し始めつつある。例えば、P21 はスウェーデンの材料科学ビームラインであるが、P21a はベントラウエ分光器で 49–107 keV までを Si(111)、(220)、(311) でカバーする。自国内の MAX IV と相補的となるように、高エネルギー領域に重点をおいた仕様である。DESY では、APS や ESRF と同様にシリコン結晶加工のラボ

を運営しており、高熱負荷結晶、高分解能結晶分光器、アナライザ結晶の製作に取り組んでいる。二結晶分光器 (DCM) の安定化については最近の共通テーマの一つであるが、P09 の DCM では標準偏差で 120 nrad であったが、更新後、200 Hz 以上の振動が抑制され、40 nrad にまで改善した。コヒーレント散乱ビームライン用のチャンネルカット結晶では 50 nrad であり、必ずしもメカだけで決まらない振動レベルに至っているのかもしれない。

Ray Barrett (ESRF) は、ESRF-EBS (Extremely Brilliant Source) に伴うビームラインと施設更新を概観した。Metrology Lab では、Fizeau Stitching Tool による $L300 \times W70 \text{ mm}^2$ の平面ミラーの 3 次元計測と従来の Long Trace Profiler (LTP) と比較し、1 nm 以下の形状誤差で計測可能であることを示した。Eurostarts project として、1.5 m 走査可能なエアースライド上に Shack-Hartmann 波面センサ (15×11 のマイクロレンズで、 $18 \times 13.2 \text{ mm}^2$ のサブアパーチャ) を搭載した SH-LTP の開発も進んでいる。Slope accuracy 50 nradRMS 以下で、空間分解能 1.2 mm を達成した。結晶アナライザのラボ (Crystal Analyzer Lab: CAL) では、 120 m^2 の空間に研削機、ダイシング、陽極接合機、UV オゾンクリーナーやスピコーターなどを装備し、 $\phi 100 \text{ mm}$ のアナライザ結晶の製作を可能としている。ID09 では 16 枚のアナライザ結晶 ($R = 0.5 \text{ m}$ の円筒基盤上) を搭載し、120 eV の範囲を走査なく測定可能な Von Hamos Spectrometer による XES の測定結果が例示された。次世代の DCM について、真空内のエンコーダーやリアルタイムに干渉計でフィードバックする仕組みなどを取り入れ、走査エネルギー範囲においてサブ 50 nrad の安定性を目指し、2018 年第三四半期に ID21 で 1 号機の試験を行う計画である。ID16A の 2 組の KB ミラー集光システムにより、2016 年 4 月までに、

17 keV と 33.6 keV でそれぞれ $23 \times 37 \text{ nm}^2$ ($7 \times 10^{11} \text{ ph/s}$) と $25 \times 20 \text{ nm}^2$ ($6 \times 10^{10} \text{ ph/s}$) を実現しており、2017 年にはナイフエッジ測定では、 $25 \times 20 \text{ nm}^2$ だが、Ptychography 評価では、34 keV にて $14 \times 14 \text{ nm}^2$ まで確認した。

筆者からは、SPring-8 の標準型二結晶分光器の高安定化が進み、Be 窓やミラーなど光学素子そのものやその表面の汚染によるイメージの劣化が目立つようになり、その改善例を紹介した。ミラーの形状誤差が 10 mm 周辺の間空間周波数領域において 0.1 nmRMS 未満が要請されている。およそ 5 年前にはこの帯域の形状誤差としては高精度と言えた 0.13~0.25 nmRMS のミラーがインストールされているが、このたび、現在の技術限界に近い 0.08~0.09 nmRMS に修正加工を施し、顕著な改善結果を示した。なお、より高周波数の表面粗さは加工前後で変わらず 0.1 nmRMS 以下である。当然ながら入射角・使用エネルギー及び観測点までの距離に依存するのだが、SPring-8 の現実的な実験配置で 0.1 nm 未満の間空間周波数帯域が必要となっている。また、設置環境で導入されがちな数十 μm 程度のパーティクルからのスペックルも顕在化しており、これらの除去と定量化に取り組んでいる現状を示した。新たな光学素子開発として、ML (Multi-Layer) コートした KB ミラーシステム、高フルエンス集光 (300 exaW/cm^2) ミラーシステムや Wolter ミラー、東京大学と開発を進めている回転体ミラーによる Ptychography の試験結果を示した。Cr/C による ML コート KB ミラーシステムは SACLA で Coherent Diffractive Imaging (CDI) に最適化されたミラー及び試料調整機構である。ミラー形状計測・仕上げ加工、コーティングともに所内で開発された。2017 年度には SPring-8 キャンパス内に点在していた光学系開発の 3 ヶ所のクリーンルームを 1 つの建屋に集約し、次世代光源に向けた光学素子開発・評価環境の整備が進んでおり、その現況をまとめた。この中で、SPring-8/SACLA におけるコーティングラボについてあわせて紹介した。

Lahsen Assoufid (APS) は、高効率集光素子と波面補償光学素子に注力していることを述べた。年 150 件程度の結晶加工の要請があり、分光結晶、アナライザ結晶などの設計、製作、評価を 3 名の技術スタッフ

で対応している。共鳴非弾性散乱分光 (RIXS) アナライザ用の Quartz の結晶は東京電波から入手したほぼ完全な合成石英をもとに、高品質な球面アナライザ結晶の加工に成功している。これを用いて、Ir L3 の吸収端である 11.215 keV で 10.53 meV の高エネルギー分解能を達成した。また 27-ID では、従来 Si(844) で 25 meV であった分解能を、Quartz の新しいスペクトロメータにより 9.7 meV まで達成し、近い将来 5.5 meV も計画している。光学評価のためのビームライン 1-BM では、Al Macrander らが、Multilayer Laue Lens (MLL) や Zone Plate (ZP) を用いた簡易パッケージの顕微鏡システムの試験を行っている。ごく短時間で焦点距離の組替えが可能なものとして特許品である。

Andreas Schropp (PETRA III) は、PETRA III のナノ集光ビームライン P06 (試料点 98 m 程度) における光学素子開発から応用までを幅広く紹介した。検出器 Eiger X4M により 200 Hz の高速で、11 万点以上の蛍光スペクトルと回折パターンを一挙に計測可能としている。燃料電池触媒の劣化の様子を試料ステージ走査を止めない on the fly で Ptychography 測定している。3次元のデータセットは 166 TB にも達する。Fe、Ni、Ti、Cu、Ga の分布をスライスで示した。Be レンズ (Be-CRL) や Si ナノ集光レンズ (NFL) の特性をロンキーテストによりシミュレーションと実測を比較し、効果的な焦点位置の探し方を提示した。Be-CRL の収差の定量化を試み、波面誤差を 0.23 $\lambda \text{ rms}$ から 0.06 $\lambda \text{ rms}$ まで向上させた。位相誤差の補正前後で集光径は同じだが裾がなくなり効率率が改善された。将来に向けて、NFL の他、Adiabatically Focusing Lens (AFL) や Refractive Lamellar Lens (RLL) の開発にも精力的に取り組んでいる。また、これらの光学素子を用いて、高空間分解能、高感度、2D・3D イメージング、その場観察 (in situ & operando) を目的にした Ptychographic Nano-Analytical Microscope (PtyNAMi) 装置の X 線イメージング装置を示した。対象は、触媒、バッテリー、太陽電池セル、マイクロチップなどを対象としている。Clunio-Larva の眼の断面の XRF で Ca や Zn の分布がきれいに映し出された。

S. D. Shastri (APS) は、高エネルギー集光用の Saw-

tooth 型あるいは Kinoform 型のレンズについて報告した。I-ID では、非対称のベントラウエモノクロと、高エネルギーモノクロが直列に配置されていて、40~140 keV の光エネルギーを光源から 60 m 及び 70 m のハッチに輸送する。高エネルギーモノクロ (50~150 keV で $\Delta E/E$ で 10^{-4} ~ 10^{-5}) の前後に、平行化及び集光のレンズを配置し、試料点で、1.3-20 μm FWHM を達成した。Pt、Au、Pb、Bi などの K 吸収端付近での共鳴吸収や、ブラッグコヒーレント回折などの利用がある。Saw-tooth lens は長い焦点距離を実現でき、Si の 0.2 mm teeth の素子により 100 keV で、18 μm の集光サイズを 30 m を超えるような焦点距離で実現可能である。また、1.6 m と 1.2 m の短い焦点距離により、 $13 \times 1.4 \mu\text{m}^2$ の集光を実現している。Si の Saw-tooth レンズの作り方は、窒化ケイ素のマスクと KOH の異方性エッチングを基本としている。一方、Kinoform レンズはレジスト膜と Cr 膜をマスクとして、100 μm の深さを deep RIE により Si を加工する。これらは BNL との共同研究である。Kinoform レンズでは、51.2 と 102.4 keV でそれぞれ 230 nm、660 nm FWHM を実現している。効率は設計値 64% に対して 17% であるので改善の余地がありそうだ。60 段の Kinoform レンズも試されており、71.7 keV では 1.2 μm の集光サイズが示された。50 keV 以上の高エネルギー領域においてもサブミクロンから 100 nm クラスの集光がすでに実現されている。

Thomas Roth (ESRF) は、3D printing による 2 次元集光可能な Kinoform レンズの評価を紹介した。SU-8 ポリマー類似の印刷樹脂を用いてステップ高さ 23 μm で R80 μm のレンズを PSI の Freder Koch らが試作し、7.5 keV で試験したが設計より数倍大きな集光径 5 μm に止まっている。ESRF 内の Al プレスによるレンズや Water-jet assisted laser cutting による 1 次元ダイヤモンドレンズについても紹介した。プレス時の温度があがりグレインが成長する様子も観察していた。

Hans-Christian Wille (PETRA III) は、Ru L3 エッジ 2.8 keV 付近の中程度分解能の RIXS と、Ir 73 keV の核共鳴 (NRS)、Sb、Te の 37 や 35 keV 付近の非弾性散乱 (IXS) のビームライン P01 の全容を述

べた。MPI-Stuttgart (Max Plank Institute Stuttgart) が資金と人を出し、DESY は人と装置を提供するという枠組みで進められている。Ru L3 エッジに特化した高分解能モノクロと KB ミラー及び RIXS 観測系が構築されている。Huber の回折計と、SiO₂ のアナライザ結晶により、全エネルギー幅 140 meV を実現している。Cu の L3 端ならば 40 meV、Ir の L3 端なら 25 meV となる。4-bounce モノクロメータにより入射ビームのバンド幅を 60 meV とするなどアップグレードが計画されている。一方、光エネルギー 73 keV に対しては、2 枚の非対称シリコン結晶により、バンド幅 158 meV が実現できている。この新しい装置はユーザーオペレーションが行われている。

Ichiro Inoue (SPring-8/SACLA) は、マイクロチャンネルカットとハーモニクセパレータについて報告した。SACLA の概要を丁寧に説明し、マイクロチャンネルカットを用いた新しいシード発振のスキームを述べ、反射型結晶による初めての XFEL シード発振の成果を示した。マイクロチャンネルカットの表面仕上げには大阪大学のプラズマジェット法が用いられている。XFEL や特に次世代放射光で期待されるハーモニクセパレータの考え方と試験結果がクリアに示された。高エネルギー側はミラーで落とした上で、プリズムにより低次を選択する。適切なスリットを配置するだけで 1 次、2 次、3 次と選択可能であり、水平エミッタンスが小さくなる次世代光源ではスペクトルが対称となるのでピンクビームの切り出しに好適なデバイスである。グラッシーカーボンのプリズムでは、SACLA で 1 次から 3 次光までを明瞭かつスペックルなく分離できている様子を示した。また、小型のハーモニクセパレータの提案も示しており、SPring-8-II における重要なデバイスの一つとなると期待される。

Hiroshi Yamazaki (SPring-8) は、これまでの SPring-8 の標準型 DCM 安定化の技術革新を振り返り、振動レベルに関しては 50 nrad 以下を当面の目標とし、現状を報告した。2008 年にすでにピンポスト結晶を用いた DCM で 56 nrad とほぼ目標値を達成していた。これは水冷であるため、ポンプからの脈動や配管内面をポリウレタンチューブにより滑らかにすることで達成した。2011 年以降は液体窒素冷却

DCM が標準となっており、一旦は悪化した但其の後 3 年ごとに技術革新を重ね、現在の 55~100 nrad の振動レベルに至っている。この 3 年の主な改良点は、液体窒素・耐放射線対応の低振動フレキシブルチューブ ClearFlowFlex の一層の低振動化、チルトステージの高剛性化、流路の変更による。また、412 W の入熱に対して、2017 年度末には 208 nrad の揺れであったが、2018 年度始めには 109 nrad まで改善に成功している。使用エネルギー領域を 6.5~16 keV に限定することでステージの簡素化を図った新しい DCM の改造に取り組んでおり、2019 年に利用を計画していることも紹介した。

Christian Morawe (ESRF) は、2014 年の ESRF upgrade 以降 DMM (Double Multilayer Monochromator) が ID01、15A、19、31 で使用されていることを示した。バンド幅は 0.4~10% で、8~70 keV と多様である。このうち、ID15A の DMM は平面ミラーで 600 W を水冷で受けている。d-spacing をミラー長手方向で変え、発散ビームから収束ビームを形成する。2色の $\text{Ni}_{93}\text{V}_7/\text{B}_4\text{C}$ を 500 層として、0.36% のバンド幅にて 8 keV で 75% 以上の反射率を達成している。ID16A/B は 185 m の長いビームラインで、16A はナノイメージング、16B はナノ分析用に新たに光学配置された。ID16A には 3 色塗り分けの ML コーティングされたミラーがあり、水平方向は 50 μm の仮想光源に集光し、最終段に 33.6 keV に対応した ML-KB ミラーを配置する。12.0 \times 12.6 nm^2 の集光サイズで、6 \times 10⁹ ph/s を実現している。

Ray Conley (APS) は、2016 年 12 月から試験運転が始まった Modular Deposition System (MDS) について報告した。装置全長 6.7 m で、最大 1.5 m のミラー長に対応する。5つの 75 mm 径と、3つの 250 mm のカソードを取付け可能としている。MoSi₂/B₄C の 700 層の ML では、反射率 75%、バンド幅 0.33% が達成されている。塗り分けの DMM を成膜し、18-ID に導入されている。12 keV でバンド幅 0.52% にて 83.3% の反射率を確認している。MDS では高精度のリニアモーションに工夫を凝らし、速度エラー 0.0025% 以下を目指す。真空内ブラシレス DC モーターとエンコーダーにより 3 m の移動に対して、速度エラーは 0.017% PV まで確認している。これにより、

より精密に傾斜厚さ変化を有する ML コート KB の実現が可能となっている。

昼食時の全体討論では、共同研究の領域について議論され、屈折光学素子、波面計測・補正、光学計測、高熱負荷素子、光学機械、Quartz や Sapphire のような結晶の加工などがあげられるとともに、成膜技術ではスタッフの相互訪問も話題となった。また、それぞれの施設のアップグレードに際して長期停止期間中のテストビームラインの可能性まで議論が広がった。

3WXOW の Lab Tour への参加者は少人数で、お互いにほぼ顔見知りであるので技術的に突っ込んだ生々しい話題も気兼ねなくやりとりできる貴重なひとときとなった。さらに、今回は、3WXOW とは独立であるが、LN₂供給設備と、3種類の異なる DCM の現状をそれぞれの実務担当者と現場で打合せできるよう L. Assoufid 氏に調整をお願いして、個別に時間を作ってもらうことができた。

全体を通じて、どの施設も、次世代計画に向けての技術開発と、とりわけ高エネルギー領域に注力している様子が見て取れ、我々も取り組みを一層加速する必要がある。高熱負荷、耐放射線の点で SPring-8 は他施設よりも厳しい技術要件を有する場面があるが、SPring-8-II を目指して技術課題の絞り込みを改めて考える好機となった。



参加者の集合写真

三極 X 線光学ワークショッププログラム

X-ray Optics Workshop

Wednesday, May 2, 2018

Welcome Address

Dennis Mills (APS Deputy Director for X-ray Science)

Session 1: Optics Overviews (8:00-10:00)

Overview of x-ray optics activities at PETRA III

Horst Schulte-Schrepping (PETRA III)

Overview of x-ray optics activities at the ESRF

Ray Barrett (ESRF)

Overview of x-ray optics activities at SPring-8

Haruhiko Ohashi (SPring-8)

Overview of x-ray optics activities at the APS

Lahsen Assoufid (APS)

Session 2: Focusing Optics (10:30-12:30)

Nanofocusing optics developments at PETRA-III

Andreas Schropp (PETRA-III)

High-energy x-ray focusing with saw-tooth and kinoform lenses

Sarvjit Shastri (APS)

Zone plates development of APS-U

Michael Wojcik (APS)

Refractive lens developments and characterization at the ESRF

Thomas Roth (ESRF)

Session 3: Crystal Optics (13:30-15:30)

Intermediate and high-energy resolution optics at P01

Hans-Christian Wille (PETRA-III)

Optics developments at SACLA: harmonic separator and μ -channel cut crystal

Ichiro Inoue (SPring-8)

Progress in Polishing of Channel-cut Crystal Monochromators

Elina Kasman (APS)

Stabilization of a standard DCM at SPring-8

Hiroshi Yamazaki (SPring-8)

Session 4: Thin Film & Mirrors Optics (16:00-17:00)

Developments in the ESRF multilayer laboratory

Christian Morawe (ESRF)

Update on the APS thin film coating activities and the Modular Deposition System

Ray Conley (APS)

Lab Tours

大橋 治彦 OHASHI Haruhiko

(公財) 高輝度光科学研究センター 光源基盤部門

〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1

TEL : 0791-58-0831

e-mail : hohashi@spring8.or.jp