

SR照射デバイスのCarbon Contamination

内藤 孝^{A)}、多田野 幹人^{A)}、照沼 信浩^{A)}、浦川 順治^{A)}、
阪井 寛志^{B)}、渋谷 孝^{B)}、坂井富美子^{B)}、蓮本 正美^{C)}、中村 永研^{C)}

^{A)} 高エネルギー加速器研究機構

〒305-0801 つくば市大穂 1 1

^{B)} 東京大学 物性研究所

〒277 - 8581 千葉県柏市柏の葉5-1-5

^{C)} 岡崎国立共同研究機構 分子科学研究所

〒444-8585 岡崎市明大寺町西郷中 3 8

概要

KEK-ATFでは、可視光のSRモニターがプロファイル測定、バンチ長測定に使われているが、このSRを直接反射する一次ミラーにカーボンコンタミネーションと呼ばれる変色が発生した。SRを直接受けるミラーなどに発生するカーボンコンタミネーションの発生原因と対策を検討するために、分子科学研究所UVSORに於いて種々の条件によるカーボンコンタミネーションの進捗状況を測定した。その結果、カーボンコンタミネーションに最も寄与するのは、CO₂やCH₄などの炭素系の残留ガスではなく、真空中に残るオイル成分であることが解った。この測定実験について報告する。

1. はじめに

近来、リニアックのFEL応用などでも使われている光学ミラーはx線を含む放射光を直接受けると変色することがある。放射光を使ったモニタや放射光のビームラインでも同様に光学デバイスの変色が起こり、放射光利用や測定に影響を及ぼす。この現象はカーボンコンタミネーションと呼ばれており、SRの照射面にそって炭素系の分子が付着する現象である。

この現象は放射光利用では既知の事実とされ、紫外線やオゾン放電によるクリーニングの方法など種々の対策が報告されている。^{1),2)}しかし、この現象を調べた報告はDESYの報告のみであった。³⁾KEK-ATFでは、ダンピングリングにSRモニターをプロファイル測定、バンチ長測定に使っているが、このSRを直接反射する一次ミラーにカーボンコンタミネーションが発生し、ミラーが変色して反射率が下がり測定に影響が出るようになった。特に、ビームサイズを測定するSR interferometerでは、ダブルスリットに入る光の強度バランスが測定精度に影響するため、一様な反射率のミラーが必要となる。写真1にATFで使用し変色したミラーを示す。何度かの真空システムの変更の後、変色は収まった

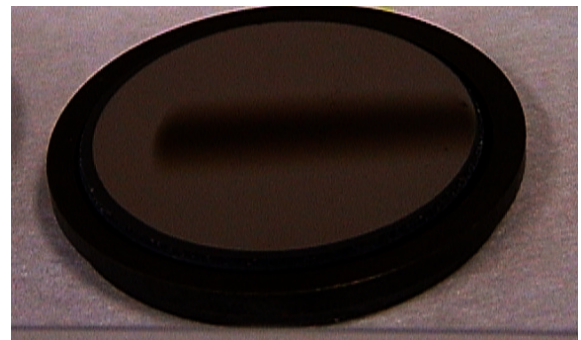


写真1 SR照射後のミラー

がカーボンコンタミネーションの原因を理解し対策を立てる必要性を感じ、実験を行った。その結果について報告する。

2. 実験セットアップ

実験は、分子科学研究所UVSOR BL-8A Lineで行った。表1にUVSOR BL-8Aのパラメータを示す。

Beam Energy	750MeV
Bending radius	2.2m
Photon intensity	1x10 ¹¹ photons/sec mA
Critical Energy	0.425keV
Horizontal aperture	0.9°

表1 UVSOR BL-8A のパラメータ

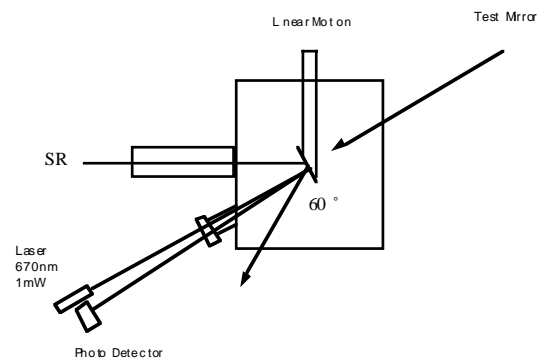


図1 測定セットアップ

測定は、図1のようなチャンパーに試料ミラーを設置し、SRの照射位置にレーザーを当てその反射率を測定することによって行った。測定時の蓄積電流、真空度、残留ガス分析、Photo Electronなども同時に測定した。試料ミラーには、冷却水で温度を一定にしたホルダーに銅ミラーを用いた。銅ミラーは熱伝導の点から温度を一定に保つことが容易であるためである。

3. 測定結果

3.1°反射率の変化

UVSORの1 fill が6時間であるため各fillごとに条件を変えた時の反射率の測定を行を行った。測定条件として、いろいろな条件をテストしたが図2に示すのは、

1. ミラー温度 10、真空度 8×10^{-6} Pa
2. ミラー温度 25、真空度 8×10^{-6} Pa
3. ミラー温度 50、真空度 8×10^{-6} Pa
4. ミラー温度 25、CO₂ガス真空度 1×10^{-4} Pa
5. ミラー温度 25、CH₄ガス真空度 1×10^{-3} Pa
6. ミラー温度 25、oil 付着真空度 1×10^{-5} Pa

の例である。照射後のミラーを写真2に示す。各条件による反射率の変化を図2 a,bに示す。図2 a,bは同じデータであるが、oil 付着の場合だけが80%の変化があり、それ以外は反射率の変化は約2%であった。この結果から、ミラーの表面温度による依存性はほとんどない、CO₂やCH₄などの炭素を含む残留ガスの量にも依存しない。ミラー表面にオイルが存在する場合のみ反射率は大きく変化するということが解る。

温度を変化させた時の残留ガスの成分は、H₂O、N₂などが主なものであり、他に炭素を含む残留ガスは顕著には存在しなかった。



写真2 SR照射テスト後のミラー

3.2°光電子の変化

反射率の変化と同時にミラー面からの試料電流（試料電流は光電子+イオン電流であるが、光電子が大半を占めるためここでは試料電流を光電子として話をすすめる）の量も測定した。光電子の変化を図3に示す。光電子の変化は蓄積電流の変化より急激であり、ピークの光電子密度は $\sim 3 \text{ mA/cm}^2$ であった。

3.2°変色物質の元素分析

変色した物質をオージェ分析、電子顕微鏡解析、蛍光x線分析にかけ分析を行った。結果は、いづれも同じで変色物質の主成分は炭素と酸素であり、言われているとおり堆積物質は炭素が多く含まれることが解った。

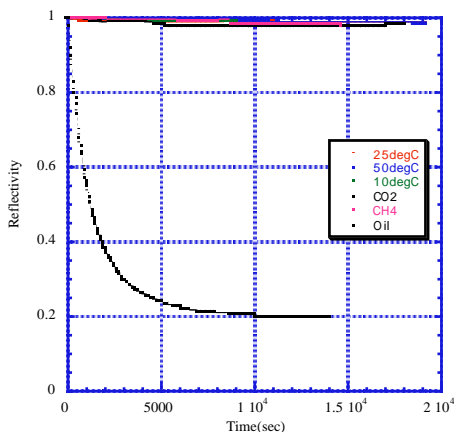


図2a 反射率の変化

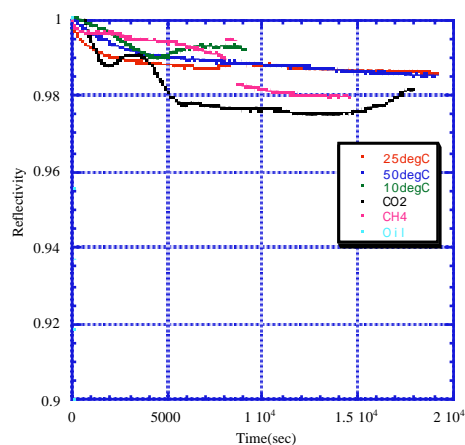


図2b 反射率の変化

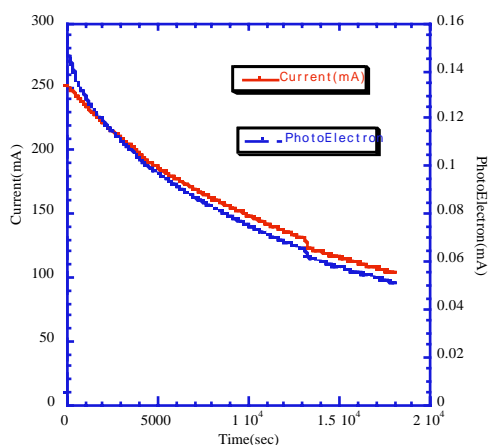


図3 光電子の変化

4 . 議論

実験の結果は、変色物質はミラー面に付着したオイル分子がx線の照射により変質しミラー表面に堆積した可能性が高いことを示している。オイルは、500~1000個のCHを含む高分子である。真空中での物質表面滞在時間は、 10^3 secにもおよび残留ガスとしてその存在量を確認するのも難しい。x線を照射すれば、オイルがミラー表面にある時に照射されることになる。そして、オイル分子がx線またはPhoto Electronにより分解され炭素分子が堆積するものと考えられる。それに対して、 CH_4 などのガスは物質表面滞在時間は 10^{-11} secと極端に短いためx線との衝突確率が低いと考えられる。

同じような現象が電子顕微鏡でも報告されている。電子顕微鏡は、試料室の真空度が 10^{-3} ~ 10^{-4} Paと低く、以前はオイルディフュージョンポンプが主排気装置として使われていたこともあり、電子ビームの電流密度をあげるとわずか数分で変色し明度が下がることが報告されている。その電子密度依存性やオイルの種類による違いまで調べられており、電子顕微鏡の場合、オイルが原因であるとされている。

4)5)6)7) 放射光でも同じプロセスでコンタミネーションが起こるのではないかと考えられる。温度依存性は電子顕微鏡の場合顕著に現れており、電子ビーム照射中にオイル分子が飛来し堆積する量と蒸発によって減る量があるため中央が窪んだ形状になることも報告されている。しかし、今回の実験では温度依存性は、ほとんど見られなかった。これは電子顕微鏡の場合、電子ビーム照射中にオイル分子が

飛来し堆積するのに対し、照射前にすでに何層ものオイル分子が堆積している場合の違いと思われる。また、電子顕微鏡では電流密度が $\sim 1A/cm^2$ であるのに対し、Photo Electronは $\sim 3mA/cm^2$ であり非常に低く変色の過程はゆっくり進むものと思われる。今回の実験ではオイルを意図的に付着させた以外でも、銅ミラーの製作時に付いた切削油の残りが表面に存在していると考えられる。また、大気中に放置しただけで数層のオイル分子が付着することが解っている。

5 . 今後の方針

今回行った実験は、実際のコンタミネーションが半年、一年の単位で観測されるのに対し、6時間でその変化を見るために通常の放射光ビームラインなどの真空度が $\sim 10^{-8}$ Paなのに対し 10^{-6} Pa以下の条件で行った。そのため、真空度が良くなった場合でも今回と同じ結果になるか確かめる必要がある。また、SRのエネルギー等さらにいろいろな条件での性質を調べる必要がある。

6 . 謝辞

実験に強力して下さった、分子科学研究所 UVSORの皆様へ感謝いたします。また、多くの情報を教えていただきましたKEK-PFの方々に感謝いたします。

参考文献

- 1) T. Koide, et al., Resuscitation of carbon-contaminated mirrors and gratings by oxygen-discharge cleaning Applied Optics Vol27, Oct, 1988
- 2) 原田 他 “SR用回折格子の炭素付着と光アッシャーによるクリーニング”、x線結像光学—8
- 3) K. Boller et., al., "Investigation of carbon contamination of mirror surfaces exposed to synchrotron radiation", DESY SR-82-18, Oct 1982
- 4) R.W.Chiristy, "Formation of Thin Plomer Films by Electron Bombardment", J. of Applied Phisics, Vol. 31 No.9 Sep.1960
- 5) A.Kumao et., al., "Studies on Specimen Contamination by Transmissino Electron Microscopy", J.of Elecron Microsc., Vol 30, No.3, 161-170, 1981
- 6) 吉村 他 "電子ビーム照射によって生じた重合膜の観察" 真空13巻第5号171
- 7) 柴田 他 "LEO-912 EF-TEM 電子分光型電子顕微鏡の資料汚染防止対策" 東北大学 技術研究