

# SR を利用した放射標準、検出器標準 ( Radiation Standards and Detector Standards Utilizing Synchrotron Radiation )

量子放射部

齋藤輝文, 座間達也, 小貴英雄

The recent activities for establishing radiation standards and detector standards utilizing synchrotron radiation sources at ETL are reported. These include the past results of spectral radiance calibration for deuterium lamps based on synchrotron radiation, and spectral responsivity calibration based on a rare gas ionization chamber and a room-temperature-operated electrical substitution radiometer, together with a future plan for establishment of detector standards based on He3 type cryogenic radiometer using undulator radiation.

## 1. はじめに

時間的, 空間的に隔てられた複数の測定を客観的に比較するためには, 共通の不変かつ普遍的な標準となる尺度が必要なことは論を待たない。標準は, 光放射の発生源である放射標準と, 光放射を測定する検出器標準の2つに大別される。いずれの種類の標準も, 理論的に絶対値を与えることのできる同種類の一次標準と相互比較をして校正するのが最も単純で容易である。

代表的な一次標準放射源として, プランクの放射式より分光放射束が計算される黒体放射があるが, 紫

外・真空紫外線領域では放射束が小さく, 不確かさが大きい。この領域では, 精密にパラメータを制御したプラズマ放射も利用されているが, 素過程の複雑さ等により標準光源としての利用には疑問が残り, 有望なものとしてはシンクロトロン放射があるのみである。二次標準として有望な光源も少なく, 重水素ランプのプラズマ放射を光源として用いることが多い。本研究では, 一次標準放射源としてのシンクロトロン放射に基づいて, 二次標準としての重水素ランプからの放射(分光放射輝度, 分光放射照度)の校正を, 当面160~310nmの波長域において行う開発を進めている<sup>1-3)</sup>。

一方の検出器標準の分光応答度に関して, 電総研では現在, 表1に示したように, 10~90 nm<sup>4)6)</sup>および250~1150 nm<sup>7)</sup>の波長域で既に分光応答度標準を確立し, その中間で空白域となっている90~250 nmの波長域で開発を行っている。

本稿では, 電子技術総合研究所にある電子蓄積リングTERAS(最大電子エネルギー800MeV)およびNIJI-II(同600MeV)からのシンクロトロン放射ならびにアンジュレータ放射を用いて紫外・真空紫外域において電総研で行われている放射標準, 検出器標準の開発の現況について述べる。

表1 電総研における分光応答度標準の開発状況

波長域 [nm]	10-90	90-250	250-1150
現在の状況	依頼試験制度で供給	開発中	依頼試験制度で供給(トレーサビリティ制度での供給を準備中)
一次標準	希ガス電離箱	He3型極低温放射計	自己校正Siフォトダイオード(極低温放射計へ切替予定)
不確かさ	最大9% (k=1)		最大1% (k=2)
備考	放射源:分光されたシンクロトロン放射	放射源:分光されたアンジュレータ放射	波長域拡張のためにサーモパイル使用

## 2. 研究内容

### 2.1 シンクロトロン放射に基づく放射源校正<sup>1-3)</sup>

#### 2.1.1 重水素ランプ

重水素ランプは, 重水素プラズマの発光を利用し,

紫外・真空紫外域に連続スペクトルを放射する。160nm以上の波長では、スペクトルは滑らかで輝線成分が見られず、扱いの簡便さ等の点で優れている。図1にランプ放射束の経時変化を示す。

放射束は100時間程度で安定し、その後の経時変化は0.03%[h<sup>-1</sup>]以下となる。初期の強度減衰の半分以上は窓材であるガラスの透過率減少に起因する<sup>1-2)</sup>。真空紫外放射を利用する場合、真空にする必要があるが、ランプ全体を真空中に入れての動作は、温度上昇、温度の不均一を招き、ランプ放射束の不安定の原因となる。本研究では、放射取り出し窓が突出したランプを用い、突出部をOリングによりシールすることで真空中に放射を入射している。

2.1.2 ビームラインの概要, 光源校正の方法<sup>3)</sup>

図2 に紫外・真空紫外光源校正用ビームラインの光学系の概要を示す。放射線防護用の壁の関係で、校正光学系は電子蓄積リングより7m離れた実験室内に設置されている。光源校正の方法は以下の通りである。

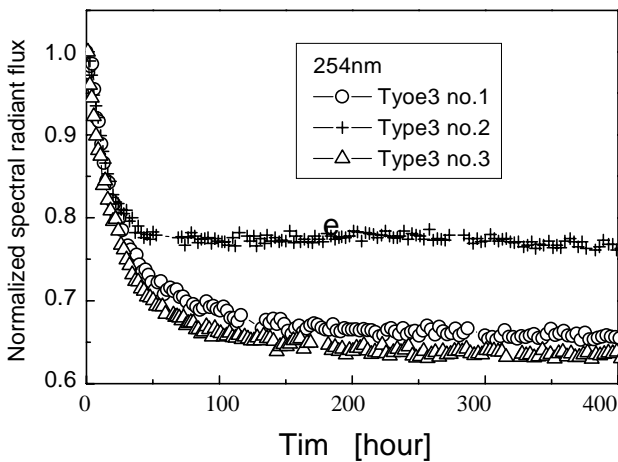


図1 重水素ランプ放射束の経時変化

(1) 凹面ミラー1を光軸上に配置し、反射された重水素ランプ(D2lamp1)光の放射束を、既知の放射束を持つシンクロトロン放射光により校正する(凹面ミラー2は、分光器スリット前面にシンクロトロン放射の発光点を結像させる。分光器位置は図中の実線。凹面ミラー1は、ランプ発光点のミラーによる虚像が、シンクロトロン放射の発光点位置に来るように調整されている)。共通光学系の為、分光後の検出器信号の比較により、ミラー1+D2Lamp1の系の放射束を校正する事が出来る。

(2) D2Lamp2をミラー1近くの光軸上に設置し、校正済みのミラー1+D2Lamp1との比較により、D2Lamp2を校正する(分光器入射スリット上に、D2Lamp2の発光点が結像されるよう、分光器は後方に移動[図中点線]。ミラー1+D2Lamp1の虚像がD2Lamp2の位置に一致するようにD2Lamp1を移動)。

分光器入射スリット上の像と光源の輝度(W/m<sup>2</sup>sr)は比例するので、重水素ランプの分光放射束、もしくは分光放射輝度の校正が出来る。

重水素ランプとシンクロトロン放射の偏光特性は異なる(重水素ランプの偏光は自然偏光に近く、シンクロトロン放射は軌道面方向に偏光している)ので、Polarimeterを用いて偏光の影響を実測し、校正を行っている。

2.1.3 校正不確かさ<sup>3)</sup>

シンクロトロン放射の放射束を計算するには、偏向電磁石の磁束密度、放射取り込み立体角、電子エネルギー、蓄積電流が必要になる。

電子の軌道面上での磁束密度をNMR磁場測定プローブ(プロトン試料使用:測定誤差±1μT)を用いて測定した。偏向電磁石の磁束密度の安定には、4時間程度を

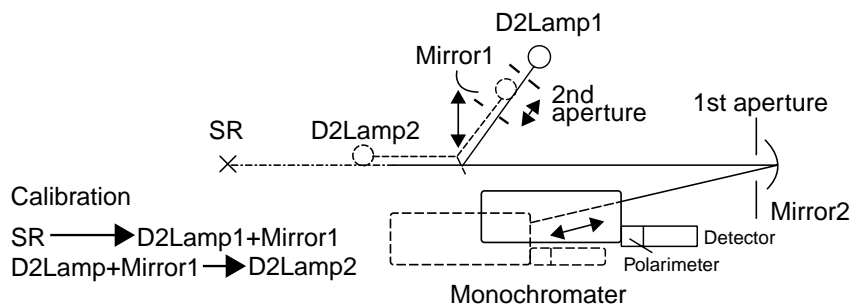


図2 重水素ランプ校正ビームラインの光学系概要

要し、ばらつきは0.0037%以下であった。これにより生じるシンクロトロン放射束の不確かさを計算すると、0.003%以下となる。

放射取り込み立体角は図2の1st apertureの大きさと、シンクロトロン放射までの距離で決定される。距離測定は可動スリットの影を、スリット位置から既知の距離に置かれたCCDカメラで測定する方式により行った。その結果、シンクロトロン放射から1st Apertureまでの距離は11725[mm]と算出され、その不確かさは、主に、CCD信号解析時の影位置の導出誤差に起因し、約0.05%である。これによる放射束の不確かさは0.1%である。

シンクロトロン放射の放射束分布は軌道面に対し一様ではなく、軌道面と光学系の相対位置を決定する必要がある。軌道面に垂直な電場成分を持つ放射は、軌道面で0となる性質を利用し、軌道面を決定した。323nmのバンドパスフィルターと偏光子を組み合わせ測定した結果では、電子ビーム全体の平均的な軌道面は $7.1 \times 10^{-2}$  mradの不確かさで決定可能で、これによる放射束の不確かさは0.01%以下である事が確認された。また、電子ビームの太さを、CCDカメラにより測定し、半値幅1.4mm、放射束に及ぼす不確かさ0.05%を得た。電子エネルギーは、電子ビームにレーザー光を正面衝突させることで生ずる逆コンプトン $\gamma$ 線のエネルギー測定で決定され、電流値は、DCCT (Direct Current Current Transformer)により測定された。これらによる放射束の不確かさはそれぞれ0.25%、0.2%である。

ここまでの要因全てによるシンクロトロン放射の放射束の不確かさは0.34%であるが、これ以外に重要な要因として偏光特性に起因する不確かさがある。図3に、校正用ビームラインの偏光特性、及び試験的に行ったランプの校正結果を示す。上図に、異なる電場ベクトルを持つ入射光(校正光学系の入射平面に平行な方向を添字P、垂直な方向を添字Sで表している)に対しての、校正光学系の反射率(T)の比( $T_S/T_P$ )を示す。比の計算をするに当たり、光学素子すべてを反射型と仮定している。下図に、上記結果を用いて試験的に行ったランプの校正結果を示す。校正光学系に結像系を用いているため、校正量は分光放射輝度(又は放射束)に限られる。重水素ランプは無偏光と仮定し計算した。但し、現在の装置、セッティングでは、検出器の暗電流の不確かさの為、偏光特性の解析誤差が最大の不確かさ要因となっており、校正結果は $\pm 10\%$ 以上の

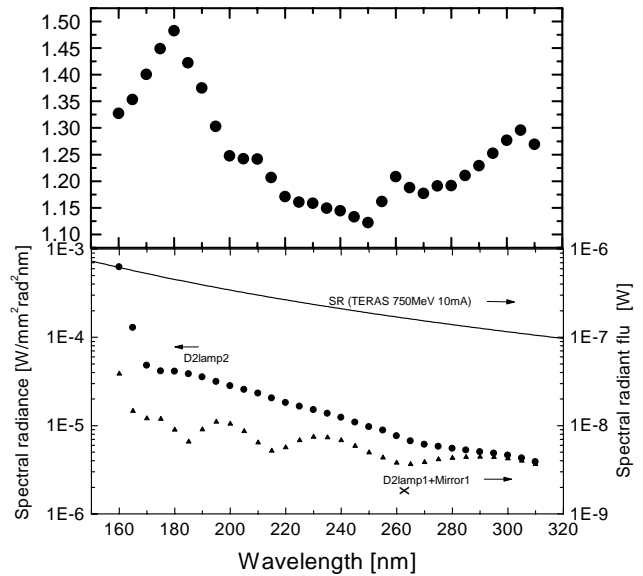


図3 光学系評価、及び試験的に行った校正結果

誤差を含んでいる。

## 2.2 希ガス電離箱に基づく真空紫外検出器校正<sup>4,6)</sup>

希ガスを電離気体とする電離箱は、その希ガスのイオン化ポテンシャルに等しい光子エネルギーから少なくともその2倍の光子エネルギーの範囲内で、吸収された1個の光子が必ず1組の電子-イオン対を生成するので、絶対検出器として使用することができる。

本検出器校正システムの特徴の一つは、電離箱入射部に多孔ガラス細管を用いて差動排気を施すことにより、完全に窓のない光学系を実現していることである。これにより非常に効果的な差動排気特性と、波長領域の全域にわたる光子に対する高い透過性を両立できた。その結果として信号対雑音比が大きくなり、またAl薄膜等を窓に用いた場合には波長が長くなるにつれて高次光の混入比が大きくなる欠点を著しく緩和することが可能となった。

さらに本システムでは電離箱は4段のイオン収集電極を持ち、いわゆる端効果を取り除くとともに、ガスの吸収係数を自動算出する仕組みによって入射光子ビームを全吸収させなくとも電離箱入射端における光子束を知ることができる。電子収集電極はイオン収集電極を取り囲む大きな円筒の形状で、イオン収集電極の軸から偏心させた配置にしてある。このような電極配置によって、光電子がイオン収集電極に飛び込むことのない電圧の条件を満たしつつ、二次電離を可能

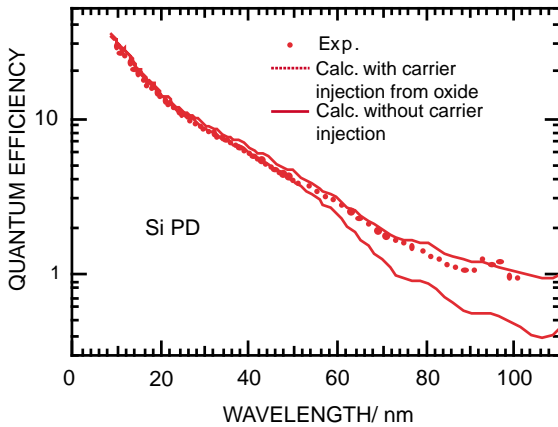


図4 Siフォトダイオードの校正結果(丸印) 実線は純光学的なモデルによる計算値, 破線は表面酸化膜からのキャリア注入を仮定したモデルによる計算値。

な限り抑制させるために光子ビーム位置における電界を小さくすることができる。

波長域に応じて動作気体をHe, Ne, Ar, Kr, Xeと変えることにより, 本システムでは, 10~92 nmの波長領域をカバーしている。校正すべき検出器は電離箱の下流側に配置されており, 電離箱の動作気体を排気することにより, 同じ光子束を受けることにより校正が可能となる。

典型的な検出器の校正例を図4に示した。蓄積電流で規格化した光子束を15, 30, 50, 90 nmの各波長でそれぞれ約±8%, ±3%, ±2%, ±2%の不確かさ(1σ)で決定することができた。

### 2.3 電力置換型絶対放射計に基づく検出器校正

紫外域検出器標準確立のために用いられる最も一般的な方法は, 感度に波長依存性がない熱型検出器を用いて, 一次標準検出器が存在する可視域等の波長域から拡張する方法である。しかし, サーマピル, 焦電型検出器等の熱型検出器は感度が低いため, レーザ以外の放射源では一般に信号対雑音比が悪く, 測定精度を高めるのは容易ではない。一般に, 信号対雑音比を高めるためにはそれら検出器の受光面を小さくする必要があり, したがって, 入射ビーム径も十分小さくしなければならない。またこの場合, 光子ビームの発散角が大きくなることにより, その応答が平行ビームに対する応答と異なる問題が生じ, これは特に紫外域で顕著となる<sup>8,9)</sup>ことに留意しておく必要がある。

電力置換型絶対放射計は熱型検出器の一種で, 入射

放射がもたらすのと同じ温度上昇を内臓のヒーターに加える電力で置換することによって, 入射放射のパワーを知るものである。

入射放射パワー $P_p$ の決定にともなう誤差要因には以下のようなものがある。

- ・ 入射光の吸収率(反射率)評価
- ・ 光電子放出, 蛍光による損失
- ・ 光加熱とヒーター加熱の等価性の問題

#### 2.3.1 200 nm以上の波長域における室温動作放射計による検証実験<sup>10)</sup>

本測定では放射源として電総研の電子蓄積リングNIJI-IIに設置された15周期の偏光可変の小貫型アンジュレータ<sup>11)</sup>を使用した。アンジュレータ放射はAl平面ミラーで反射された後, シリカガラスの窓を透過し, 校正実験は大気中で行われた。アンジュレータ放射を干渉フィルタにより分光して実験を行った。

一次標準検出器として, 室温動作型の電力置換型絶対放射計を用いた。本電力置換型絶対放射計は完全な対称性を持つ2つ吸収空洞(一つはダミー)からなっており, それぞれに置換用のヒーターを内蔵し, 零位法によって入射放射のパワーを最小分解能は0.1μWで決定できる性能を有する。受光面は直径6mmφである。

本手法によりSi, GaPフォトダイオード及びCsTe光電管を校正した結果を, 既存の検出器標準(250 nm以上)に基づく校正値とともに, 図5に示した。その時のSiフォトダイオードの校正の際の不確かさ(1σ)を表2に示した。

得られた主な結論は以下の通りである。

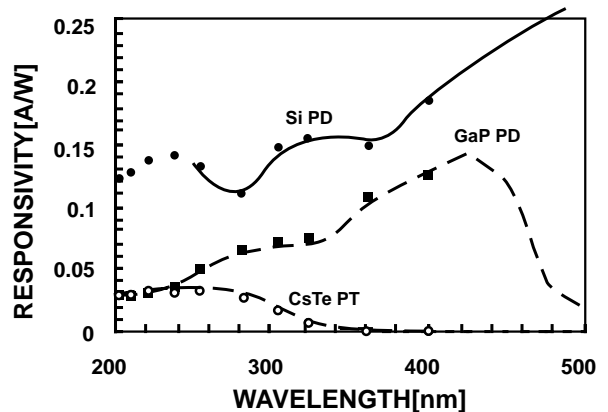


図5 分光されたアンジュレータ放射を用いた電力置換型検出器に基づくSi, GaPフォトダイオード及びCsTe光電管の校正結果。各線は既存の電総研分光応答度標準に基づく校正結果。

表2 干渉フィルタで分光されたアンジュレータ放射を用いた電力置換型検出器に基づくSiフォトダイオード校正時の不確かさ

Sources of uncertainty ( $1\sigma$ )	Uncertainty (%) in ESR	Uncertainty (%) in Si photodiode	Combined uncertainty (%)
Absolute value	0.5	-	0.5
Signal to noise ratio	3	0.6	3.1
Bandwidth effect & stray light	0	3	3
Non-uniformity	0.05	1.4	1.4
Alignment	2	0	2
Sum in quadratur	3.6	3.4	5.0

- 約10 nmの帯域幅の干渉フィルタで分光して0.1 mW/mA (蓄積リング電流1mA 当たり)前後のパワーが得られた。
- 校正結果は既存の検出器標準(250 nm以上)と不確かさ( $1\sigma$ )の範囲内で一致した。

### 3. 成果の波及効果

紫外・真空紫外域の検出器標準ならびに放射標準は、学術分野から産業分野に到るまでの多くの定量的な測定に必須のものである。

例えば、近年は殺菌、紫外線硬化、紫外線洗浄(UV ashing)等の紫外放射利用が急速に拡大しているが、放射標準が確立されれば、このような目的に使われる放射源と比較測定することによりこれらの分光放射強度等を知ることが可能となり、定量的な分析、性能向上をはかることができる。

一方、検出器標準が確立されることにより、光電子放出あるいは蛍光等の発光の量子効率、光化学反応の反応効率等の絶対計測が可能となり、新しい知見をもたらすほか、データの相互比較を容易にし、新材料、新技術の開発にも大きく貢献することが予想される。

### 4. 今後の研究展開の方向

放射源校正について、現手法では光学装置の移動、大気開放等、再現性の障害となる要因が多いため、その改善のための光学系全体の改造に着手している。上

記以外に、真空紫外光特有の炭素系ガスの光分解による光学素子の汚れ、シンクロトロン放射、重水素ランプの長期安定性等が未解決問題として存在し、解決に向け研究中である。

検出器標準に関しては、200 nm以上の波長域における検証実験を踏まえて、以下の方式により空白域となっている90～250 nmの波長域の分光応答度標準の確立を目指して現在研究を進めている。分光素子としては、干渉フィルタでは単色性が不十分なことによる不確かさが無視できないこと並びに干渉フィルタが利用できる波長域に制限があるなどの理由により、今度は瀬谷・波岡型分光器を用いることとした。また電力置換型検出器としては、0.3Kまで冷却可能なHe3冷凍器型極低温電力置換型絶対放射計を採用することにし、目標分解能0.1nWを目指している。

室温動作の放射計に比較して極低温放射計のメリットには以下のようなものがある。

- ・比熱が温度の減少とともに急激に減少するので、サーマルリンクの熱伝導度Gを小さくして応答の時定数を小さく設定することが可能となり、感度を大きくすることができる。
- ・受光部の熱伝導度が温度の減少とともに急激に増大するので、光パワーと電力の等価性を向上させることができる。
- ・輻射熱損失が無視し得るので、Gを小さくでき、これも感度増大に寄与する。
- ・計測系の熱雑音が減少するので、信号対雑音比を向上させることができる。

標準検出器を供給してゆくためには、トランスファー標準検出器の感度の安定性、直線性、均一性、温度特性、測定光学系、検出器の偏光特性等について十分に検証しておくことが不可欠であり、今後これらを視野に入れた研究も継続する予定である。

### 参考文献

- 1) T. Zama, K. Awazu, H. Onuki, "Improvement of the aging characteristics of deuterium lamp", J. Electron. Spec. Rela. Phenom., 80 (1996) 493-496.
- 2) 座間達也 小貫英雄, "重水素ランプの経時変化", 分光研究, 47, 129 (1998).
- 3) T. Zama, T. Saito, H. Onuki, "Beamline for calibration of

- transfer standard light sources in the UV and VUV regions”,  
J. Synchrotron Radiation, **5**, 759-761 (1998).
- 4) T. Saito and H. Onuki, “Detector calibration in the 10-60 nm spectral range at the Electrotechnical Laboratory”, J. Optics **24**, 23-30 (1993).
  - 5) T. Saito and H. Onuki, “Detector calibration in the wavelength region 10 nm to 100 nm based on a windowless rare gas ionization chamber”, Metrologia **32**, 525-529 (1995/96).
  - 6) 齋藤輝文, “真空紫外線検出器標準の確立に関する研究”, 電子技術総合研究所研究報告 No. 960 (電子技術総合研究所, つくば, 1994). 齋藤輝文, “真空紫外線検出器標準の確立に関する研究”, 電子技術総合研究所研究報告 No. 960 (電子技術総合研究所, つくば, 1994).
  - 7) 齊藤一朗, “波長633nmにおける絶対分光応答度標準の確立”, 照明学会誌, **78**, No.10, 568-573 (1994)
  - 8) T. Saito, L. R. Hughey, J. E. Proctor and T. R. O'Brian, “Polarization characteristics of silicon photodiodes and their dependence on oxide thickness”, Rev. Sci. Instrum. **67**, 1-3 (1996) (Special Issue in CDROM).
  - 9) T. Saito and H. Onuki, “Difference in silicon photodiode response between collimated and divergent beams”, to be published in Metrologia (2000).
  - 10) T. Saito and H. Onuki, “UV detector calibration based on ESR using undulator radiation” J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena **80**, 397-400 (1996).
  - 11) H. Onuki, K. Yagi, K. Awazu, T. Yamada, T. Saito, “Progress report on recent researches with polarizing undulator”, SPIE, **2873**, 90-95 (1996).

#### 関連ラボ及び研究項目・研究期間

##### 1. 光放射ラボ

( Optical Radiation Lab. )

高輝度放射光及び絶対放射計による測光・放射計測技術の開発の研究

(平成11年度～15年度)

##### 2. 短波長紫外線標準ラボ

( Far Ultraviolet Lab. )

測光・放射線標準の高度化に関する研究

(平成9年度～13年度)