

BL16B2 (サンビームBM) 産業用専用ビームライン建設利用共同体

1. はじめに

BL16B2 (サンビームBM) は、BL16XU (サンビームID) とともに13企業グループ [脚注1] からなる産業用専用ビームライン建設利用共同体が管理・運営するビームラインである。1999年10月より各社利用に供され^[1]、2008Aの終了で満9年が経過した。

2. ビームライン・実験装置の概要^[2]

BL16B2の基本仕様は、表1のとおりである。実験ハッチ内には、光源の上流に、実験配置の自由度を確保するため、表面が平滑な大型定盤が設置され、その上に2台のゴニオメータを配備し、XAFS測定、X線トポグラフィーや反射率測定などの精密X線光学実験を行うことができる。下流には、高エネルギーX線を用いた回折実験が可能なX線回折装置が新設された。(ビームラインの配置図は前節BL16XUの図1に示す)。また、2005年度にCOやNOなどの毒性ガスや、H₂やCH₄等の可燃性ガスをBL16B2実験ハッチに安全に供給し排気するための「その場計測用ガス設備」を設置し、2006年度にはXAFS測定時間の大幅短縮を可能にするQuick XAFS計測系を導入した。これらを併用することで、触媒などの材料が反応ガス中で変化する過程を時分割でXAFS解析することが可能となっている。

表1 BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
光子エネルギー	4.5keV~113keV
単色器	可変傾斜型二結晶 (Si (111)、Si (311)、Si (511))
光子数	~10 ¹⁰ photons/sec
ビーム径	0.1mm (H) × ~0.1mm (V) ミラー使用 40mm (H) × ~2mm (V) ミラー無し

3. 利用の状況

BL16ではユーザータイムを各社均等に配分している。2007年度は、ユーザータイムの73%を各社利用に供することが出来た。これは、前年度の80%に比べ少ないが、設備更新の調整作業を行ったためである。各社の利用時間は

BL16XUとBL16B2を合わせて約23日/年となっている。前年度の約20日に比較し、むしろ多かった。総運転時間が2006年度8150時間から2007年度9600時間と増加した賜物であり、感謝したい。

装置別の利用割合を図1に示すが、XAFS測定が80%以上を占めている状況は2007A・B期でも変わらなかった。一方、利用分野については図2のとおり、半導体分野が増加しているが、全体的な傾向としては、半導体、電池、素材、触媒など多岐に渡るようになり、分野的には均等化が進んでいることが伺える。特に電池材料、触媒材料等のin situ分析が積極的に行われている。

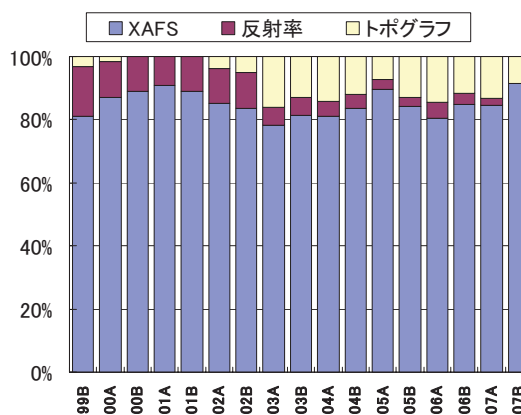


図1 装置の利用割合 (BL16B2)

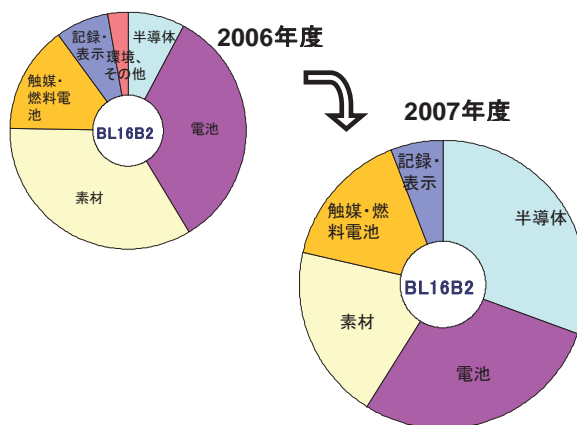


図2 利用分野の割合 (BL16B2)

[注1] 川崎重工業、神戸製鋼所、住友電気工業、ソニー、電力グループ (関西電力、電力中央研究所)、東芝、豊田中央研究所、日亜化学工業、日本電気、パナソニック、日立製作所、富士通研究所、三菱電機 (2008年10月現在、50音順)。

4. 主な研究成果

BL16XU/B2成果報告会（サンビーム研究発表会）を2001年から開催しており、本年度は第7回目として2007年9月11日～12日に開催した^[3, 4]。この発表会の詳細については前節BL16XUを参照されたい。

5. 設備更新計画の立案と実施

BL16B2においても、BL16XUと同様、再契約にあわせて設備更新を行う計画を立案し、再契約後の利用を新しい設備でスタートすることとした。XAFSに対してはppmレベルの微量元素に対するニーズが高まっていることを踏まえ、新規に19素子SSDを導入した。また、大型定盤をコンパクト化し、空いたスペースに6軸回折計を新設し、高エネルギーX線による材料深部の歪み解析などを可能とした。さらに、回折系の2θアームに搭載可能な小型X線カメラを導入し、自由な配置の下でトポグラフィーやCTの実現を目指している。

以下にBL16B2の更新内容について紹介する。

1) BM6軸回折計の導入と性能評価^[5]

X線回折（含む散乱）は、非晶質から結晶に至る広範な材料の構造解析に用いられる手法であり、広く一般に利用されている。サンビームにおいても汎用的な4軸回折計がIDビームラインに設置され、数多くの各社実験が行われてきた。利用割合はIDビームライン利用の実に約80%を占める。第二期開始にあわせた設備更新では、X線回折手法の拡充が検討され、特徴のある回折実験が可能な設備をID/BMそれぞれに導入することとなった。

BMビームラインに設置する回折計の導入目的は二点あった。すなわち①従来のサンビームでは実施不可能であった高エネルギー回折・散乱実験を可能にすること、②従来回折計で可能であった実験も効率的に実施可能とすること、である。①についてはBMビームラインに設置することで4.5～113keVの広いX線エネルギーが利用可能となった。②については、実績のあるHuber社6軸回折計を採用し、引き続き本格的な回折・散乱実験を可能とした。効率的な実験に有用な各種装備の整備もあわせて行った（図3、4は50keV X線を用いて行ったSUS材の応力測定結果）。

2) XAFS測定装置の更新^[6]

サンビーム設備更新計画の一環として、BL16B2の既存XAFS測定装置を大幅に改良した。改良点のひとつは19素子SSD検出器の導入である。BL16B2では、蛍光収量XAFS測定用の検出器として、ライトル検出器、単素子SSD検出器、多素子SDD検出器などを用いてきたが、これらの検出器では、産業界で特にニーズの多い微量含有元素の測定に対応しきれないケースがあった。そこで、検出立体角が大きく、且つ計数率が高い19素子SSD検出器を導入することにより、微量含有元素の蛍光収量XAFS測定が短時間でできるようになった。もうひとつの改良点はXAFS

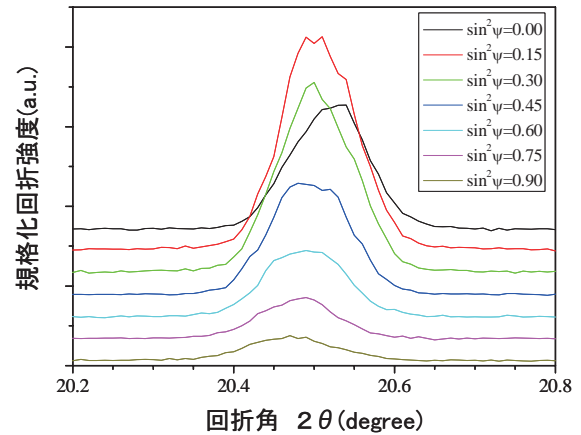


図3 50keVの入射X線で測定した γ -Fe(511)/(333)回折ピーク（側傾法）

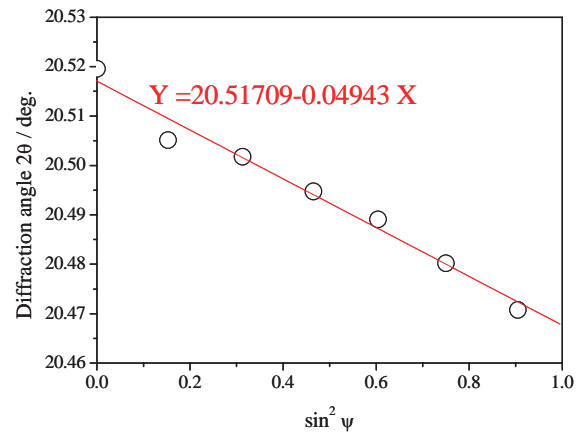


図4 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図

実験架台の更新である。従来の実験架台に比べて大幅に小型化されたことにより、下流に6軸回折装置を設置することが可能になった。また、容易に位置を変更できるエアパッド浮上式ステージ、分離・移動が可能な19素子SSD検出器用架台、架台高さのモーター制御、などの導入により、限られたスペースが有効に活用できるようになり、且つ利便性も向上した（図5はBL16B2に導入された19素子SSD検出器および新規XAFS実験架台の写真）。

3) フラットパネル検出器の性能評価と回折マッピングへの応用^[7]

X線回折、大視野イメージング、トポグラフィー、およびビームモニターへの適用を目的として、大視野フラットパネル検出器（FPD）を設備更新に伴い導入した。本検出器は、入射X線を蛍光体（ Gd_2O_3S ）可視光に変換した後、CMOSセンサーで検出している。表2に本検出器の仕様を示す。本体サイズは縦27cm、横21cm、厚さ2cm、重量3.5kgで、専用のホルダーを用いて、位置決めできるようにした。BL16B2において本検出器の検出効率を評価した結果を図6に示す。X線のエネルギーが15から30keVにお

いて20%以上が得られていることがわかる。また、Pb製のX線チャートを用いてModulation Transfer Function (MTF) を評価した結果、4LP/mmにおいてMTFが0.5であり、100 μ m程度の空間分解能であることがわかった。さらに、本検出器の試用実験として、マイクロビーム装置と組み合わせた走査型回折マッピングを行った結果、アルミナおよびデントライトの回折マッピング像を取得することに成功した。



図5 BL16B2に導入された19素子SSD検出器および新規XAFS実験架台

参考文献

- [1] 泉弘一、他：SPring-8利用者情報、**4** (1999) 20；久保佳実：ibid. **6** (2001) 103.
- [2] 第13回日本放射光学学会年会 (2000/1/8、岡崎) で報告.
- [3] 産業用専用ビームライン建設利用共同体編集・発行「第7回サンビーム研究発表会 (第4回SPring-8産業利用報告会) 報告書」. <http://sunbeam.spring8.or.jp/>
- [4] 廣沢一郎：SPring-8利用者情報、**13** (2008) 386.
- [5] 稲葉雅之：第8回サンビーム研究発表会 (第5回産業利用報告会) 2008年9月.
- [6] 野中敬正：ibid. 2008年9月.
- [7] 米山明男：ibid. 2008年9月.

パナソニック (株)
 マテリアルサイエンス解析センター
 尾崎 伸司

表2 フラットパネル検出器の仕様

観察視野	98mm×98mm
画素数	2000×2048
画素サイズ	48 μ m角
画像転送レート	2.7frame/sec
A/D変換	12bit
冷却方式	空冷

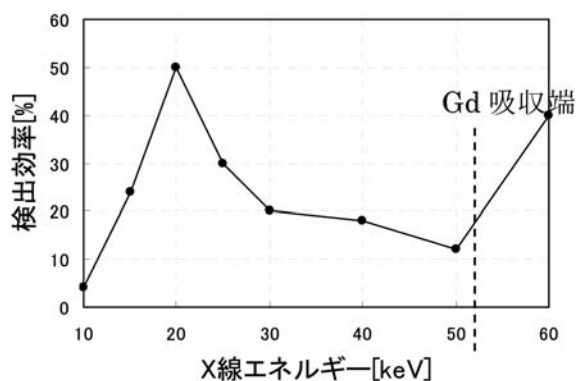


図6 FPDの検出効率