

BL46XU 産業利用Ⅲ

1. 概要

BL46XUは産業界による放射光利用の促進を主な目的とする産業利用ビームラインであり、標準アンジュレータを光源とする高輝度X線を利用することができる。測定手法は第1実験ハッチにおいて多軸回折計を用いたX線回折・散乱、第2実験ハッチにおいて硬X線光電子分光(HAXPES)を提供している。2014年度BL46XUでは第1実験ハッチ下流側のオープンスペースを使用したX線イメージング測定環境の整備と、HV-CSA装置において大気非暴露導入機構と試料バンクの開発を行い、嫌気性材料への対応と試料導入時間の短縮化を図った。

2. 基本性能と実験装置

光源はSPring-8の標準型真空封止アンジュレータで、モノクロメータはSi 111結晶を用いた液体窒素水冷型2結晶モノクロメータを採用している。使用できるX線のエネルギー範囲は1次光で6～35 keVである。高調波除去用のX線ミラーは2枚のRh蒸着ミラー（長さ70 cm横はね配置）を光学ハッチ内最下流に設置している。これらミラーは湾曲機構を持っており、横方向の集光が可能である。また、モノクロメータとミラーの間にチャンネルカットモノクロメータ(Si 111結晶)を設置しており、硬X線光電子分光測定の際にはこれを用いてエネルギー幅の狭い入射X線を確保している。

常設されている実験装置は、以下のものがある。

- (1) 多軸X線回折装置（第1実験ハッチ）
- (2) 硬X線光電子分光装置R4000（第2実験ハッチ：10 keV対応）
- (3) 硬X線光電子分光装置HV-CSA（第2実験ハッチ：15 keV対応）

表1 試料位置でのX線

エネルギー領域	6～35 keV
フラックス	フラックス～ 10^{13} photons/s (ビームサイズ 0.5 mm (H) × 0.5 mm (V))
エネルギー分解能	$\Delta E/E \sim 10^{-4}$ (チャンネルカット不使用時)
ビームサイズ (半値全幅)	水平：30 μ m (スリット成形)～1.5 mm (最大開口) 垂直：30 μ m (スリット成形)～1.0 mm (最大開口)

図1に、光学系レイアウトを示す。

3. 高度化の実施内容と成果

3-1 イメージング装置の立上げ

産業利用ビームラインは、BL14B2、BL19B2ならびにBL46XUがあり、BL19B2ではX線イメージング実験を実施している。しかしながら、BL19B2の光源は偏向電磁石であるため、1 μ m程度の分解能でイメージング観察を行うと露光時間を非常に長くしなければならない。そこで1 μ m程度の分解能でのイメージング実験を効率よく行うために挿入光源のビームラインBL46XUにイメージング装置を立ち上げた。

図2は装置の模式図と写真である。試料の位置調整用の自動ステージは、XYステージとCT測定用の回転ステージを整備した。また、回転ステージの位置や傾き調整用に、スイベルステージ2台とXZステージを回転ステージの下に設置した。検出器は浜松ホトニクス製のビームモニタ(AA50)とCCDカメラ(C-4880-4IS)を組み合わせ使用している。ビームモニタには、10倍と20倍の光学顕微鏡の対物レンズを取り付けることが可能であり、実効的なピクセルサイズはそれぞれ0.35ミクロンと0.18 μ mである。空間分解能評価用のX線チャートを測定し、10 keVのX線に対して1 μ m以下の空間分解能で

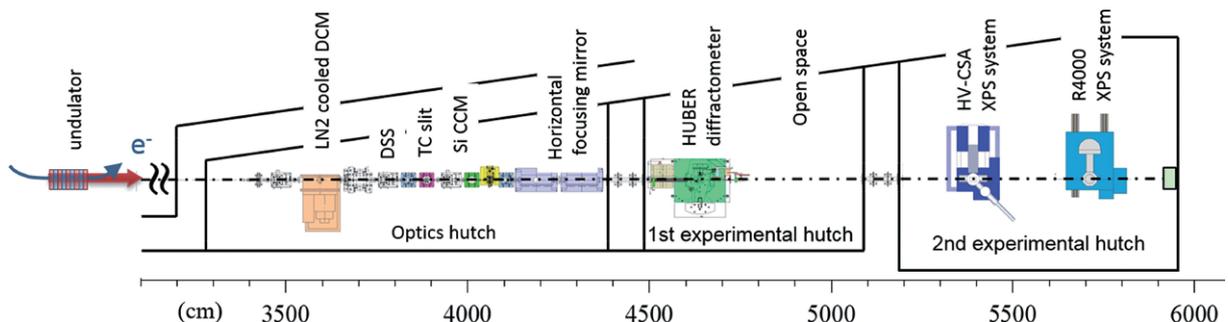


図1 BL46XU ビームラインレイアウト

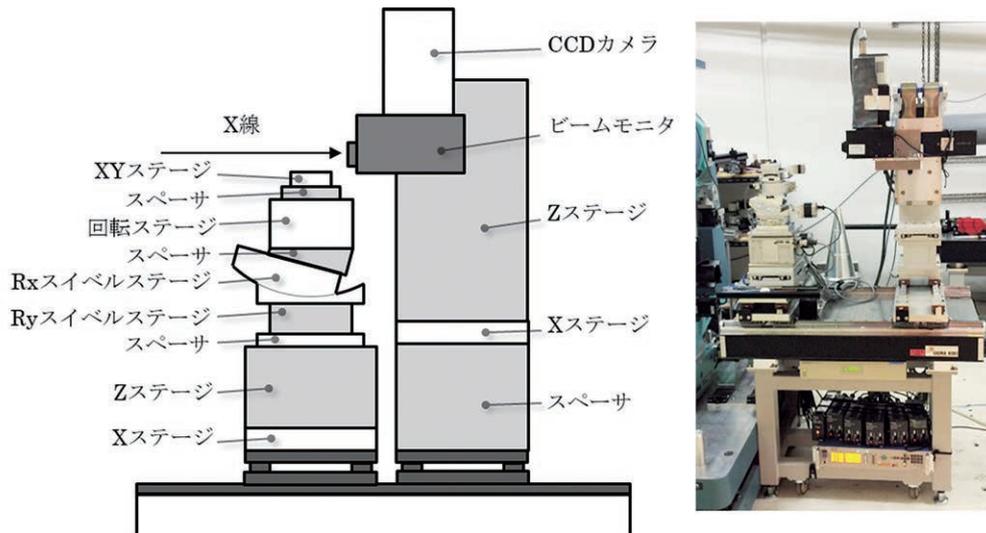


図2 イメージング実験装置の模式図と写真

あることを確認した。検出器はモータ駆動のXステージとZステージに取り付けられており、実験ハッチ外から位置調整が可能である。これらの装置は移動式架台の上に設置されており、実験時に架台とともに第1実験ハッチに持ち込まれる。

ビームモニタに10倍の対物レンズを取り付けて測定する場合、BL19B2では20 keVと30 keVのX線に対して露光時間は75秒と90秒必要であったのに対して、BL46XUでは1秒と3秒必要であり、大幅に露光時間を短縮することができた。

BL46XUでは1 μm程度の空間分解能で1 mm程度の視野の実験をし、BL19B2では5 μm程度の空間分解能で10 mm程度の視野の実験をしている。

3-2 HV-CSA装置における大気非暴露導入機構と試料バンクの開発

従来のHV-CSA装置における試料導入機構は、大気中で試料を装着する必要があるため、嫌気性材料の測定が困難であった。R4000装置で既設の大気非暴露導入機構は、近年HAXPES課題として増加傾向にある電池材料での測定に必須の設備となっている。電池材料等の表面状態は大気暴露による表面の化学状態の急激な変化、それに伴う試料本来の性質の変化が大きな問題となり、通常のXPSに比べて表面鈍感なHAXPESであっても試料内部の電子状態の情報を正確に得る事が難しくなる。2014年度に実施されたHV-CSA装置による課題も全て電池材料を対象としたものであり、従来から大気非暴露導入の開発要望が高かった。このためHV-CSA装置においても、大気暴露による変質の無い試料の表面及び内部の情報を得る事を可能とする大気非暴露導入機構を開発した^[1]。また、試料交換時における真空引きの時間短縮のため、サ

ブチャンバーへの試料バンクの設置も併せて行った。

装置全体の概観を図3(a)に示す。大気暴露を避けるためにAr等の不活性ガスを充填したグローブボックス中に試料をサンプルホルダーにセットし、専用の真空容器(トランスファーベッセル図3(b))にサンプルホル

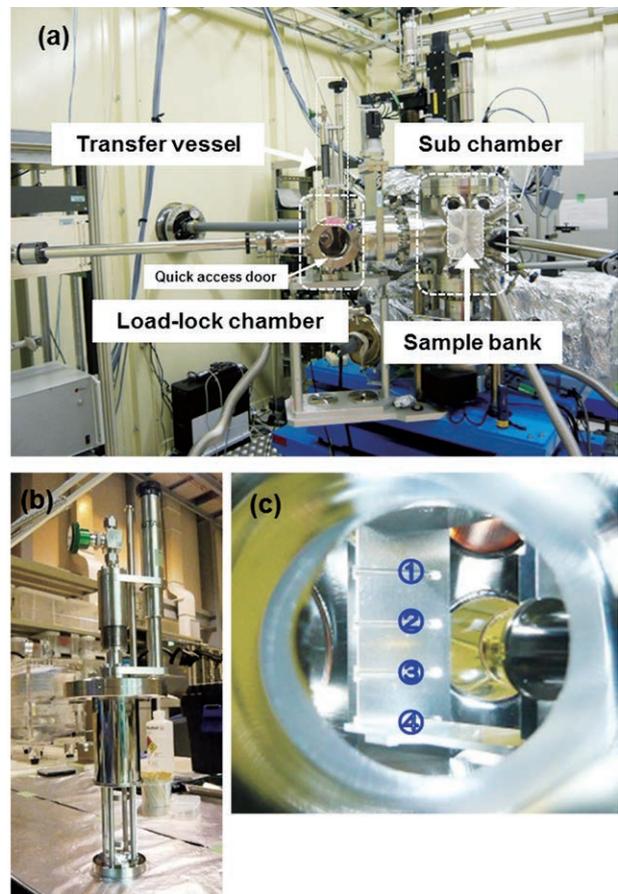


図3 HV-CSA装置の大気非暴露導入機構 (a) 装置全体の概観、(b) トランスファーベッセル、(c) 試料バンク

ダーを取り付ける。その後トランスファーベッセルをロードロックチャンバーに装着し真空引きを行うことで試料（サンプルホルダー）を測定室に運ぶ事ができる。これにより、当該装置において大気暴露による試料の変質の無い試料の表面及び内部の電子状態を得る事が可能となった。本導入機構は2014B期より導入され実際に一般課題でも利用された（1課題）。今後も本導入機構を利用した成果創出が期待される。その他、試料バンクをサブチャンバーに設置した（図3（c））。試料バンクは、サンプルホルダーを最大で4つストックしておく事が可能であり、別の試料を測定中であっても、バンクへサンプルホルダーを入れておく事で測定と並行して真空引きを行う事ができる。これにより、ロードロックチャンバーを一度大気開放してからサンプルホルダーを取り換えて再排気するまでの時間が従来1～2時間程度かかるところが、15分程度に大幅に短縮する事が可能となり、ビームタイムの効率的な利用に繋がっている。

参考文献

- [1] 陰地 宏, 崔 芸涛, 孫 珍永, 松本 拓也, 小金澤 智之, 安野 聡: *J. Surf. Anal.*, **21**, No. 3 (2015) 121.

産業利用推進室

産業利用支援グループ

安野 聡、小金澤 智之、梶原 堅太郎、佐藤 眞直