

BL16XU (サンビームID) 産業用専用ビームライン建設利用共同体

1. はじめに

BL16XU (サンビームID) は、BL16B2 (サンビームBM) とともに、13社・グループ^[脚注] で構成される産業用専用ビームライン建設利用共同体 (サンビーム共同体) が管理、運営する専用ビームラインである。1998年8月に専用ビームライン据付工事着工申請書が承認され、BL16XU/B2ともに設置・利用が開始され、1999年9月よりサンビーム共同体各社への供用が開始された^[1]。2006年度に、供用開始からのサンビームの成果をまとめるとともに、2008年度からの10年間の次期計画を申請した。2007年度に次期計画が承認されたことを受け、2007年度と2008年度の2ヵ年度にわたって、大幅な設備更新・改造を実施した^[2]。2013年度には、中間評価を受け、「継続」の評価結果を得ると共に、硬X線光電子分光 (HAXPES) 装置等の導入を進め、サンビーム共同体各社のニーズに合わせて、機能向上を図っている。

2. ビームライン・実験装置の概要

BL16XUの実験装置などの機器配置の概略図を図1に、基本仕様を表1に、それぞれ示す。光源は磁石周期長を標準型の32 mmより長い40 mmとした真空封止型水平直線偏光X線アンジュレータであり、より長波長側の放射光X線の発生を可能としている。光学ハッチには、上

流側から、液体窒素循環間接冷却方式Si (111) 二結晶単色器、ダイヤモンド移相子、HAXPESのために導入されたチャンネルカット結晶分光器、及びベントシリンドリカルミラーが設置されている。液体窒素冷却により、実験ハッチに導入されるビームは、1 mm角以下のサイズで、高いフラックスと位置安定性を有する。移相子を用いて、円偏光を生成し、X線磁気円二色性 (XMCD) 実験を行える。実験ハッチ内には、上流側から、HAXPES装置、8軸X線回折装置及びマイクロビーム形成装置、蛍光X線分析装置を設置している。HAXPES装置上流

表1 BL16XUの基本仕様

光源	真空封止型直線偏光アンジュレータ 周期長40 mm、周期数112
光子エネルギー	4.5~40 keV
単色器	液体窒素循環間接冷却二結晶 (Si (111))
光子数	~10 ¹² photons /s (マイクロビーム ~10 ¹⁰)
ビームサイズ	1.0 mm (H) × 1.0 mm (V) 以下 (マイクロビーム0.5 μm (H) × 0.5 μm (V) 以下)
実験装置・手法	HAXPES装置 8軸X線回折装置 マイクロビーム形成装置 (マッピング機構、X線回折/蛍光X線分析/XAFS/XMCD) 蛍光X線分析装置 (波長分散型/エネルギー分散型) その場計測用ガス設備

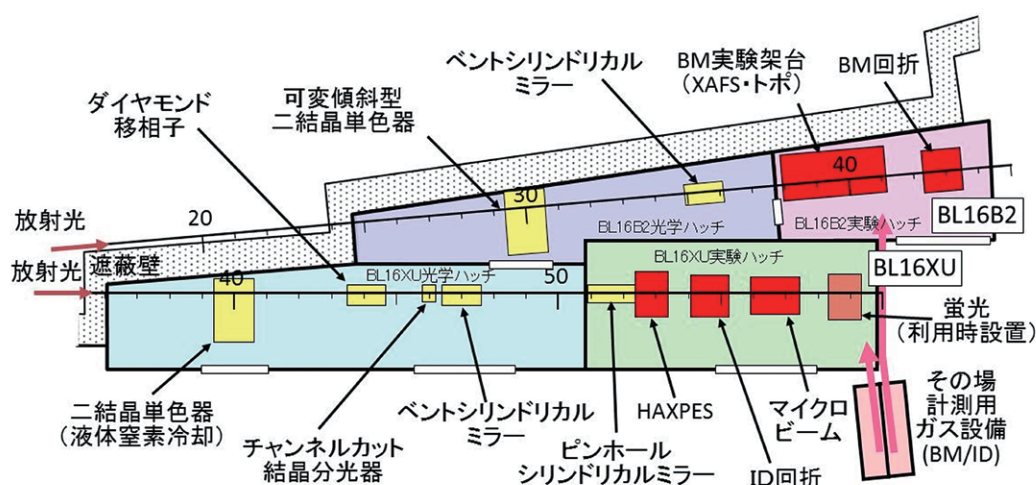


図1 BL16XU及びBL16B2における機器配置概略図 (2015年3月時点)

[注] 川崎重工業(株)、(株)神戸製鋼所、住友電気工業(株)、ソニー(株)、電力グループ (関西電力(株)、(一財)電力中央研究所)、(株)東芝、(株)豊田中央研究所、日亜化学工業(株)、日産自動車(株)、パナソニック(株)、(株)日立製作所、(株)富士通研究所、三菱電機(株) (2015年3月現在、50音順)

のピンホールチャンバー内にHAXPES用ビーム形成のためシリンドリカルミラーが設置されている。そのほかの主な装置として、高エネルギーX線回折高度化のためCdTe検出器や、ガス雰囲気下でのその場測定を行えるように、反応性ガス供給・排気装置を備えている。

3. 利用状況

BL16XUにおける2014AB期（2014年度）の各社の実験装置別利用割合を図2の右端に示す。それまでの年度は、装置別利用割合の大小関係は変わらないが、X線回折が利用の中心であった。2014年度の大きな特徴は、硬X線光電子分光（HAXPES）法が新たに加わり、全体利用の24%を占めたことである。

一方、2014AB期の各社の利用研究課題の適用分野別の比率を、2013AB期と比較して図3に示した。2014AB期では、2013AB期から「触媒」分野の利用割合が減り、「電池」分野の割合が増加した。これは硬X線光電子分光（HAXPES）法の導入により、窒化物系化合物半導体や有機半導体などの多様な結晶性材料だけでなく、環境・エネルギー関係分野の微結晶・非結晶性材料への利用が進んだことを表している。

4. サンビームの成果公開

各社の利用研究課題を通じてサンビームで得られた成果は、各社から学会発表、論文投稿などで対外的に適時報告されている。そのような報告を基本としながら、サンビーム共同体としては、サンビームの対外的な発表の場として、「サンビーム研究発表会」と「サンビーム年報・成果集」の2つを用意している。「サンビーム研究発表会」は、2001年度よりサンビーム共同体が毎年主催して、直近の1年間に共同体各社のサンビームで得られた成果を

発表する会である。2004年度からは、「SPring-8産業利用報告会」をJASRI、兵庫県と共催している。「SPring-8産業利用報告会」は、2010年度から（株）豊田中央研究所が加わり、SPring-8の産業利用に関する最も規模の大きな報告会となっている。2014年度は、第14回サンビーム研究発表会（第11回SPring-8産業利用報告会）（2014年9月4、5日、姫路市商工会議所ビル）にて、ポスター23件、口頭6件の発表を行った^[3]。発表会終了後にサンビームID・BMの見学会を開催した。また日常的な見学に対応するため、サンビームの説明ポスターを更新した。

一方、「サンビーム年報・成果集」は、サンビームでの各社利用実験課題の成果を論文形式で公開する媒体を提供する目的で2011年度より刊行を開始した冊子である。同年報・成果集は、JASRIの「重点産業利用報告書」の形式に倣った各社の成果報告論文、前述のサンビーム研究発表会の報告書、及びそれ以外のサンビーム共同体の年間活動記録などで構成されており、一年間のサンビームの成果と活動をまとめて閲覧できる内容となっている。2012年度に、同年報・成果集は、SPring-8の成果非専有実験課題の成果公開の媒体の一つである「公開技術報告書」としてSPring-8成果審査委員会にて認定された。2015年3月には、同年報・成果集のVol.4を発刊した^[3]。サンビーム共同体の研究成果については、同年報・成果集とそれ以外の成果も含めて、サンビーム共同体ホームページで公開されている^[4]。

5. 研究・技術検討事例

以下に新規技術検討事例として、走査型蛍光X線顕微鏡用ピエゾ高速位置決めステージの導入に関して紹介する。

サンビームでは、KB配置の楕円筒面鏡ミラーを用いたマイクロビーム形成装置と高精度な垂直回転軸試料台を

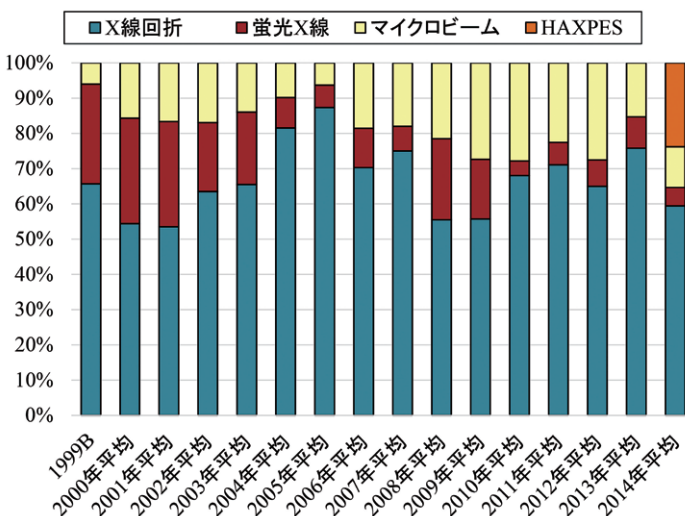


図2 BL16XUにおける実験装置別利用割合の年度別推移

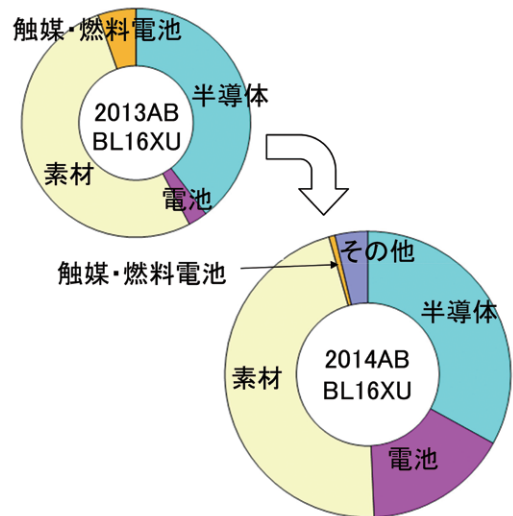


図3 BL16XUにおける利用研究課題の適用分野別比率

組み合わせ、走査型蛍光X線顕微鏡やCT計測技術の検討を進めてきた。走査型蛍光X線顕微鏡はサブミクロンの空間分解能で、試料の元素マッピングが可能な顕微鏡技術である。しかし、図4に示すように、ステッピングモーター制御のX-Y-Zステージで、Radial Patternを測定した際、位置決め精度の誤差により直線がジャギーに計測されていた。このため高い位置決め精度が求められていた。またステージをこの精度で駆動した場合、モーターの駆動時間を0.4 secより短縮することが困難であり、広い領域を高分解能で測定する場合、測定時間の短縮を困難にしていた。

今回、測定時間の大幅な短縮を目的として、高速かつ高精度な位置決めが可能な圧電素子（PZT）を用いた試料ステージと制御系を新たに導入した。図5に導入したピエゾステージとその制御系の模式図を示した。PZTステージはX-Y-Zの3軸構成で各軸のストロークは250 μm 、位置決め精度は10 nm、位置決め時間は数10 msである。本ステージの伸縮はコントローラを介してDAQの電圧で制御する。また、試料を透過したX線強度、及び試料から発生した蛍光X線をデジタル信号処理し、同DAQにデジタル入力することにより、一層の高速化を図ったシステムとした。

図6に銅メッシュ（2000本/インチ）を試用測定した

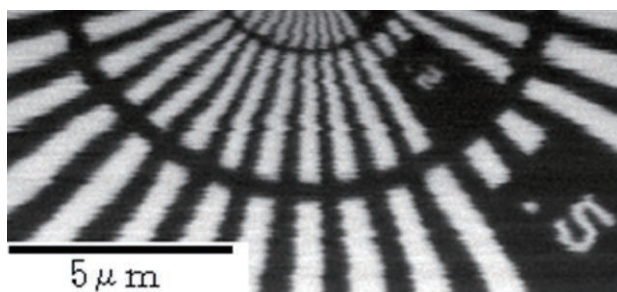


図4 モーターステージでのパターン測定結果

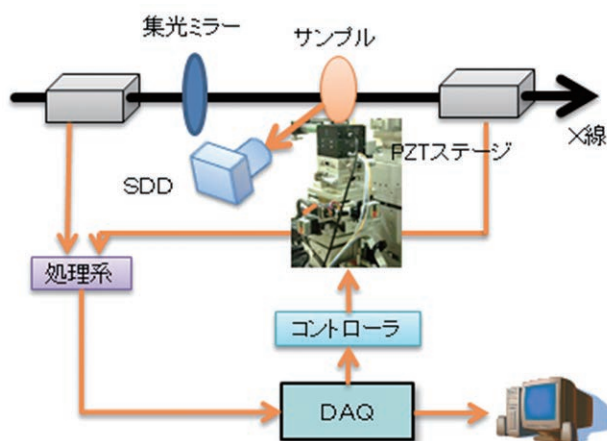


図5 ピエゾステージと制御系の模式図

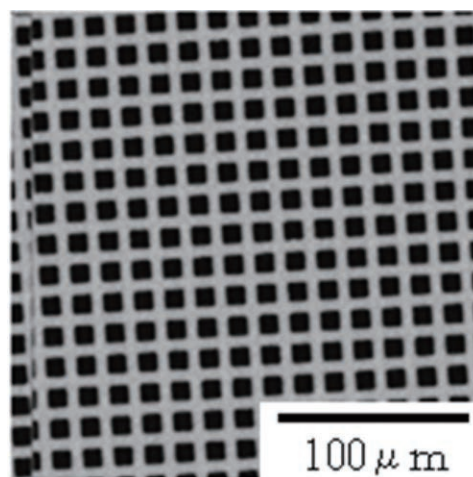


図6 Cuメッシュの蛍光像
3.5時間で250ミクロン角を1ミクロン分解能で測定できる。

銅の蛍光X線マッピング像を示す。使用したX線のエネルギーは10 keV、ビーム径は縦横共に0.5 μm である。像サイズは250 $\times$ 250 μm 、送りは1ミクロン、各点の測定時間は200 msで、合計の測定時間は3.5時間である。従来のステージ系では同様の測定に15時間を要していたので、本系の導入により、測定時間を1/5に短縮できたことになる。

今回の設備導入により走査型蛍光X線顕微鏡の試料走査が高速化でき、試料の位置合わせ、本測定ともに短時間化が進んだ。また測定時間の短時間化により、広い視野を高い分解能で計測可能となった。今後はエネルギー走査を追加し、二次元XAFS測定機能を拡張する予定である。サンビームの今後の活用と各社成果の創出が期待される。

参考文献

- [1] 平井康晴：SPring-8利用者情報Vol.4, No.4 (1999) p.16-19；久保佳実：ibid. Vol.6, No.2 (2001) p.103-107.
- [2] 飯原順次、他：第22回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム，11P012 (2009.1.9～12，東京大学)；他 同合同シンポジウム 11P021, 12P027, 12P028, 12P029, 12P030, 12P031, 12P032.
- [3] 産業用専用ビームライン建設利用共同体：サンビーム年報・成果集Vol.4 (2015) p.23-86.
- [4] 産業用専用ビームライン建設利用共同体 研究成果公開WEBサイト <https://sunbeam.spring8.or.jp/top/seika.html>

株式会社日立製作所 研究開発グループ
上田 和浩