

## BL27SU 軟X線光化学ビームライン

BL27SUは、8の字アンジュレータを光源とする軟X線ビームラインである<sup>[1]</sup>。ビームラインは異なるエネルギー領域の軟X線を供給する二つのブランチから構成されており、広帯域の高輝度軟X線を利用できる。高エネルギーブランチ（Bブランチ）では、Si (111) 結晶分光器を利用して2.1～3.3 keVの高エネルギー領域の軟X線を利用可能であり、低エネルギーブランチ（Cブランチ）では回折格子型分光器を利用して、0.17～2.2 keVの低エネルギー軟X線を供給している。主要な分析手法は、軟X線吸収分光、蛍光X線分析/軟X線蛍光分光などの分光分析や、軟X線マイクロビームを利用した走査型軟X線顕微測定による軽元素分布の観察、吸収分光と顕微観察を組み合わせた化学状態マッピングなどである。また、差動排気や真空窓を使用することで、大気圧環境（ヘリウムパスもしくは密封試料）から高真空まで、試料特性に合わせて幅広い圧力条件下で測定環境を制御することができる<sup>[2]</sup>。本稿では、2015年度のビームラインの利用状況ならびに、整備状況について報告する。

### 1. 2015年度の課題申請状況

2015Aならびに2015B期に申請された（以下、本文中では2015年度の申請課題と表記する）、研究分野毎の課題申請数を図1に示す。最も課題申請が多い分野は電池材料開発を中心とした電気化学分野（18件：全体の27%）であり、ここ数年は電池開発に関連する研究課題が、毎



図1 2015Aならびに2015B期に申請された、研究分野毎の課題申請数。図中の（）内の数値は申請課題数を示す。ここで示すデータは、課題申請書を基に、ビームライン担当者が分類したものである。なお、技術的な理由によって、他ビームラインの利用を推奨した課題は統計から除外した。

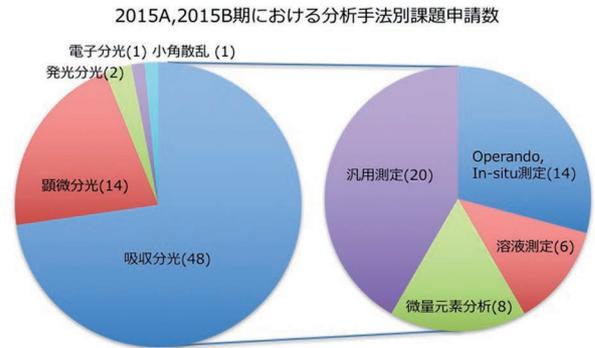


図2 2015Aならびに2015B期に申請された、分析手法毎の課題申請数。図中の（）内の数値は申請課題数を示す。左図は全利用課題における分析手法の分布を示し、右図は吸収分光として申請された48課題の内訳を示したものである。資料は、課題申請書を基にビームライン担当者が分類した。

期25～30%のビームタイムを占めている。電池開発の分野は大型のプロジェクトも多く、成果公開優先利用や成果専有利用が多いことも特徴的である。電気化学分野以外でも、希少金属を使用しない触媒開発（9件：全体の14%）や、汎用元素を用いた材料開発など、近年社会的要請が高い元素戦略や省エネルギー対策を指向した研究課題が高い比率を占めている。一方で、環境・地球化学分野の利用（合わせて15件：全体の24%）や社会文化分野での利用が多いことが、他の軟X線ビームラインと比較して特徴的である。試料環境の自由度が高いことにより、従来の軟X線ビームラインでは限定的であった含水性試料や制御環境下を必要とする分析など、多彩な分野に対して軟X線分光の利用が波及していることが分かる。

図2には、2015年度に申請された、分析手法毎の申請課題数を示した。マイクロビームによる顕微観察と吸収分光と組み合わせた顕微分光測定を含めて、現在のBL27SUでは吸収分光を利用する課題が90%以上を占めている。顕微分光を除く吸収分光測定の内訳を見ると、電子収量法と蛍光収量法を組み合わせた汎用的な深さ分解測定が40%程度を占めている。加えて、触媒化学・電気化学の分野を中心として、制御環境下でのoperando, in-situ観察実験が40%程度を占めていることが特徴的である。また、地球化学・環境分析においては、蛍光収量法を利用した微量元素（10～1000 ppm程度）の化学状態分析も主要な研究課題となっている。分光計測以外では、軽元素の吸収端における異常散乱を利用した小角散乱計測法の開発課題なども実施されている。

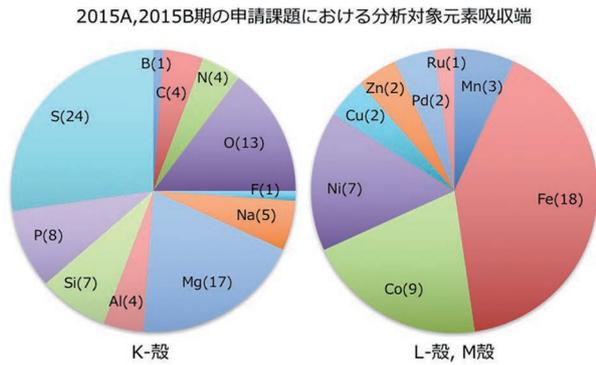


図3 2015Aならびに2015B期に申請された課題申請における、分析対象の元素吸収端の分布。図中の( )内の数値は申請課題数を示す。左図は、ホウ素(B)から硫黄(S)までのK-殻吸収端、右図は、遷移金属のL-殻吸収端をそれぞれ示した。データは、課題申請書を基に、ビームライン担当者が集計したものである。

図3には、2015年度に申請された課題で分析対象となった、元素吸収端の分布を示した。分析の希望が最も多かった元素は硫黄(S)であり、全課題の約1/3を占めている。また、K殻を対象として見た場合、マグネシウム(Mg)やリン(P)など1~3 keVに吸収端を持つ元素の分析が約3/4を占めている。一方で、一般的に軟X線ビームラインの主要分析対象である炭素(C)や窒素(N)が占める割合は10%程度にすぎない。蓄積エネルギーが高いSPring-8の特徴を活かして、比較的原子番号が大きな軽元素の分析を中心に利用されており、ビームラインが供給可能なエネルギー領域の広帯域化を基盤として、多彩な元素の分析が展開されていることが分かる。特に、従来の回折格子分光器と硬X線用の結晶分光器の間に位置する硫黄やリンの吸収端は、マイクロビームも含めて利用できる研究施設やビームラインが限られているため、BL27SUの優位性が高い分析対象として広く認識されつつあると考えられる。L-殻を対象とした分析では、触媒や電池材料として利用頻度が高い鉄(Fe)、コバルト(Co)、

ニッケル(Ni)などが分析対象となっているほか、2.5~3 keV付近に吸収端を持つパラジウム(Pd)やルテニウム(Ru)などの分析にも利用されていることが特徴的である。

## 2. ビームラインの整備状況

2015年度は、Cブランチの実験ステーションを中心に、ビームライン整備を実施した。これまで、本ステーションには、汎用軟X線吸収分光装置が常設され、他にも、気相試料用光電子分析装置ならびに固体表面分析用光電子・発光分光器が、スライドラールにより切り替え可能な配置で設置されてきた。しかしながら、ビームラインの建設から15年以上が経過し、利用ニーズの変化に伴い要求される分析手法も変化してきた。そこで、課題申請の状況を踏まえつつ、2013年度から段階的に装置の整理統合・廃棄作業を進め、2015年度に分析装置の更新を完了した。

建設期の主力装置であった気相試料用光電子分光装置ならびに反応性試料供給処理装置については、2012年度以降は年間1件程度のユーザー利用実績しかないことから、2015年度をもって装置の運用を終了した。さらに、光電子分光装置を中心とした固体分光装置についても、超高真空を必要とする固体・表面を対象とした計測をBL25SU-Aブランチに集約し、それにともないCブランチ最下流に配置されていた固体分析装置の運用を終了した。また、固体分光装置に併設されていた発光分光器については、独立した架台を新たに設計し、引き続きCブランチ最下流で利用可能な状態に再整備した。なお、2015年度に実施された光電子分光課題は、装置の持ち込みにより対応した。

現在のCブランチの外観を図4に示した。後置鏡の下流には3つの実験ステーションを直列に配置し、それぞれの実験ステーションに軟X線を集光するための後置鏡

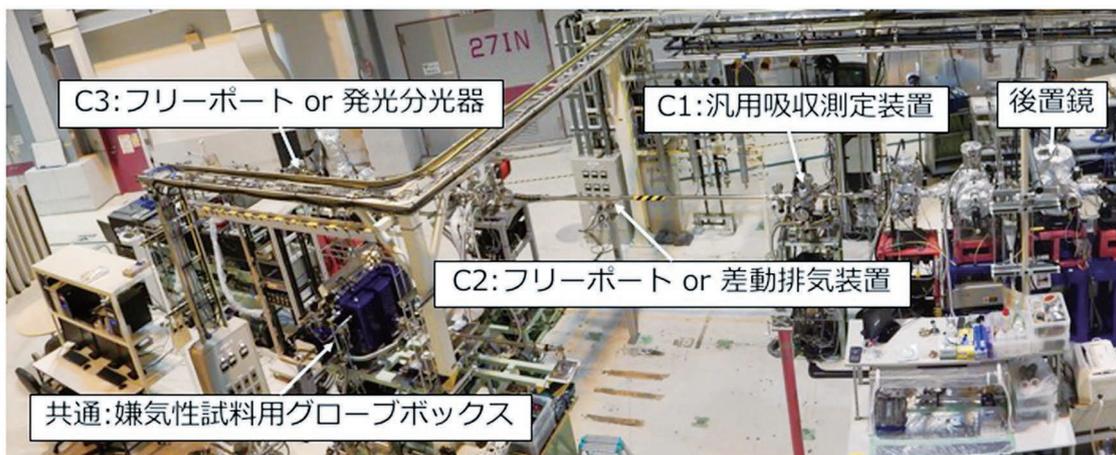


図4 再整備された、BL27SU-Cブランチの外観。写真は、収納壁側から実験ステーションを撮影したものである。

を配備している。最上流のC1ステーションには軟X線用のシリコンドリフト検出器を装備した汎用型の軟X線吸収分光装置を常設している。ここでは $\sim 10^{-5}$  Pa程度の高真空環境下で、電子収量法と蛍光収量法を併用した吸収分光が可能である。その下流のC2ステーションには差動排気装置を、またC3ステーションには発光分光器を設置しているが、これらの装置はいずれもオフラインに回避することを想定して設計されており、いずれのステーションもフリーポートとして持ち込み装置の設置にも対応可能である。

#### 参考文献

- [1] T. Tanaka, et al.: *Rev. Sci. Instrum.* **70**, (1999) 4153 .  
[2] Y. Tamenori, *J. Synchrotron Rad.* **20**, (2013) 419.

利用研究促進部門、分光物性IIグループ  
為則 雄祐  
利用研究促進部門、応用分光物性グループ  
室 隆桂之