

# 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、産業用専用ビームライン建設利用共同体 (略称: サンビーム共同体) が建設し、管理・運営を行っているビームラインである。同共同体は12社と1グループの13団体<sup>[脚注]</sup>が集まり、SPring-8が稼働を始める1年前の1996年に発足した任意団体で、代表責任社である幹事社を1年任期の各社持ち回りとし、必要資金、ビームタイム等もすべて13分の1を原則とする非常に特徴的な団体である。発足から現在までに3社のメンバー交代を経験しているものの、全体としては順調に運営を続けている。BL16XUはBL16B2とともに、1998年8月に専用ビームライン掘付工事着工申請書が承認され、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<sup>[1]</sup>、2008年の再契約を挟んで現在に至っている。再契約を契機として2007年度から2008年度にかけて大規模な設備更新・改造を実施し<sup>[2]</sup>、また2013年度の間評価の際にも新たに硬X線光電子分光 (HAXPES) 装置を導入するなど、サンビーム共同体各社のニーズに合わせた新しい技術の導入に常に気を配ってきている。

## 2. ビームライン・実験装置の概要

BL16XUの基本仕様を表1に、また実験装置などの機

器配置概略図を図1に示す。アンジュレータには標準の磁石周期長32 mmより長い40 mmの周期長を有する真空封止型水平直線偏光X線アンジュレータを、また単色器には液体窒素循環間接冷却方式のSi (111) 二結晶単色器をそれぞれ採用している。前者はより長波長の光を用いるためのビームライン創設時からの措置であり、後者はより明るい光を得るため2007-2008年の大規模設備更新時に従来の水冷式回転傾斜型の形式を改造したものである。本分光器とベントシリンダカルミラーとの組み合わせにより、実験ハッチにはサイズが1 mm角以下で

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 <sup>12</sup> photons/s (マイクロビーム ~10 <sup>10</sup> )
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

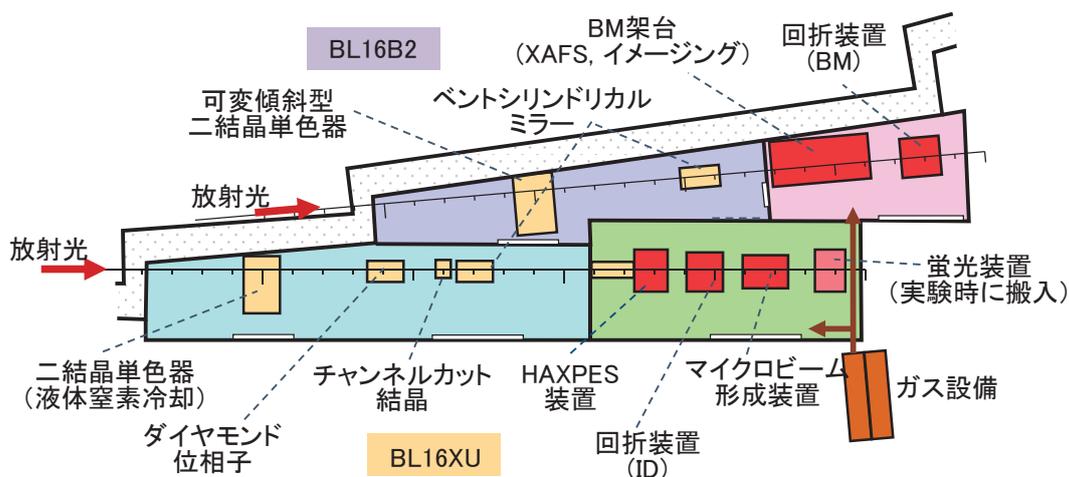


図1 BL16XUおよびB2における機器配置概略図 (2016年3月時点)

[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) (2016年3月現在、50音順)

高い位置安定性を有する高フラックスの光が導入されている。光学ハッチには、ほかにX線磁気円二色性(XMCD)実験を行うためのダイヤモンド位相子、HAXPES実験のためのチャンネルカット結晶分光器を装備している。実験ハッチには、上流から順に、HAXPES装置、8軸X線回折装置、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を設置しているほか、ガス雰囲気下でのその場測定用に、反応性ガス供給・排気装置も備えている。また高エネルギーX線回折のためのCdTe検出器や効率的な実験のための2次元検出器(PILATUS 100K)、1次元検出器(MYTHEN 1K)、さらに昇温過程をその場実験するための試料加熱装置(Anton Paar社製)などを使用することができる。

### 3. 利用状況

BL16XUにおける利用ビームタイムの内訳を図2に示す。左図は適用分野別の内訳であるが、実際にはこれ以外に測定手法高度化のための検討やビームラインの保守・調整作業などの共同作業により約550時間(2015年度時)が加算される。右図は共同作業時間も含まれた手法別の内訳で、相対的な利用割合を明確にするために百分率での表示としてある。図2によれば、BL16XUはX線回折を主体としたビームラインであり、半導体と素材とが使用目的として常に一定割合を占めていることがわかる。近年の特筆点は、2013年度に設備導入したHAXPES装置の利用時間増大である。多くのサンビーム共同体各社の要望で導入した同装置は2014B期より一般利用を開始しているが、2015年度には全利用ビームタイム

の47%を占めるまでに至っており、それに呼応するように、電池の分野での利用割合が増大している。

### 4. サンビーム共同体における成果公開

本項の内容は、BL16B2(サンビームBM)ビームラインにおける活動を含めた、「サンビーム共同体」全体として行っている活動の概略である。

サンビーム共同体における各社個々の実験は企画、実施、成果公開すべて各社責任においてなされることを基本としているが、成果公開については、共同体として年1回開催の「サンビーム研究発表会」と年1巻発刊の「サンビーム年報・成果集」で発表の機会を用意しており、これらの中でもサンビーム共同体各社の成果公開を行うことを推奨している。前項で述べた共同作業においても、得られた成果を学会等で発表するとともに、この二つの発表の機会においても積極的に成果を公表し、アピールするように心がけている。

「サンビーム研究発表会」は2001年度にサンビーム共同体主催の単独発表会として始動しているが、現在では公益財団法人高輝度光科学研究センター(主体は産業利用推進室)、兵庫県(主体は放射光ナノテクセンター)、株式会社豊田中央研究所との4団体合同の「SPRING-8産業利用報告会」の中の一つの発表会の形に変化を遂げており、SPRING-8産業利用を代表する同報告会の中核を担っている。2015年度は第12回SPRING-8産業利用報告会が9月3日、4日の両日、川崎市産業振興会館にて開催され、その一環として第15回サンビーム研究発表会を実施した。口頭発表6件、ポスター発表26件(口頭発表のポスターを含む)を行い、共同作業の成果も3件のポスター発表として報告を行った<sup>[3]</sup>。

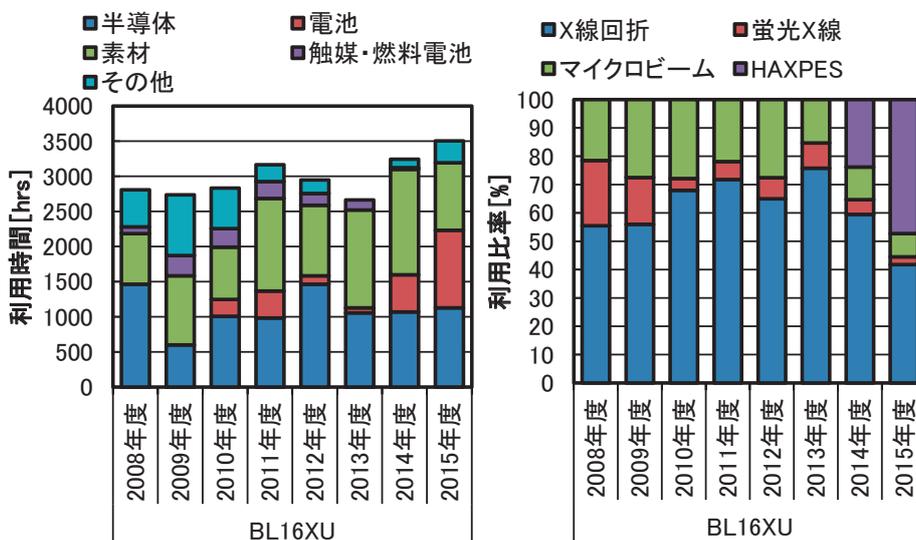


図2 BL16XUにおける利用ビームタイムの内訳の推移。適用分野別(左)と手法別(右)。

「サンビーム年報・成果集」は2010年にSPring-8選定委員会より提出された成果公開促進に関する提言に沿って共同体独自の論文形式の報告書として企画したものであり、2011年度末にVol.1を発売している。内容は、論文形式の研究報告書のほかに、同年度のサンビーム研究発表会の抄録、および過去1年間の活動報告、論文・口頭発表等の一覧から構成されており、2012年度には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年度は、Vol.5を発売し、そこに26編の研究報告を掲載した。本年報・成果集は、他の成果と合わせてサンビーム共同体のホームページにて公開されている<sup>[4]</sup>。

### 5. 研究・技術検討事例

2015年度の技術開発事例として、 $\mu\text{m}$ オーダーの2次元マイクロXAFS法の開発事例を以下に紹介する。本技術開発は、図1の「マイクロビーム形成装置」にかかわる部分である。本部分には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とが設置されているが、2014年度にステップング

モーター駆動の試料台に圧電素子（PZT）を用いた制御系を追加し、高精度かつ高速なマッピングを可能にした。2015年度においては、まず、本試料台をHe雰囲気中で計測できるチャンバーに変更して低エネルギーの蛍光X線の計測を容易にし、更にそのうえで、この制御に単色器分光結晶の角度制御と連動させる機構を追加し、短時間で2次元マイクロXAFSの観測ができるように改良を加えた。図3に透過型電子顕微鏡の試料台として用いられるCuメッシュ（1500 mesh）をモデル試料として、2次元マイクロXAFS計測を行った例を示す。2次元像取得に際しては、 $1\ \mu\text{m}$ ステップにて10 Hzで試料台を移動させながら、 $50\ \mu\text{m}$ 角の蛍光X線像と透過X線像の双方を得ている。入射光エネルギーを適当な間隔のステップで刻みながら、この2次元像取得を繰り返し、得られたデータの中から任意の試料位置におけるデータを抽出しXAFSスペクトルを描かせることができる。図3(c)の例においては、蛍光X線スペクトルは $7 \times 7$ 点の平均値を、また透過X線スペクトルは $5 \times 5$ 点の平均値をそれぞれ用いている。

顕微鏡的な視点を加えながら放射光利用を進めていくことは、この分野における今後の大きな潮流であると考

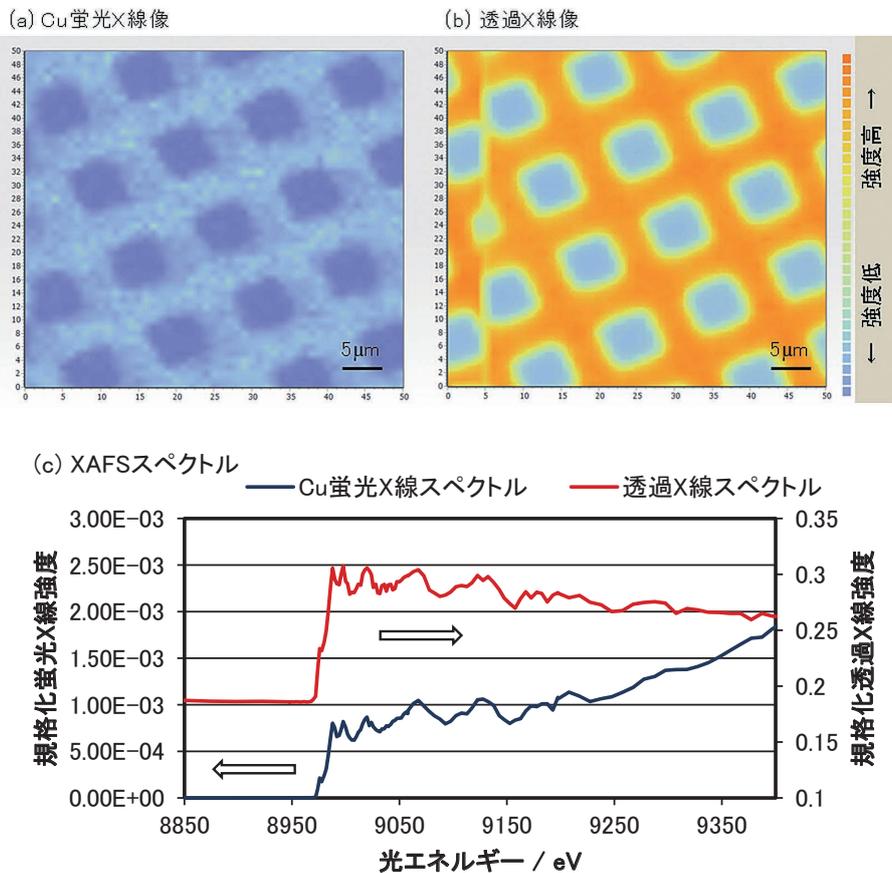


図3 2次元マイクロXAFS法の計測例。(a)はCu蛍光X線像の例、(b)は透過X線像の例、(c)は各像から抽出したXAFSスペクトルの例で、蛍光、透過それぞれ、 $7 \times 7$ 点、 $5 \times 5$ 点の平均値を示す。

えられる。サンビームでも今後このような機能を応用しながら材料の微細部分のより詳細な解析を進められる体制を整えていきたいと考えている。

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.5 (2015) p.127-181.
- [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>

株式会社豊田中央研究所 分析部  
妹尾 与志木