

# BL16XU サンビームID

## 1. はじめに

BL16XU (サンビームID) は、BL16B2とともに、民間13社・グループ<sup>〔脚注〕</sup>からな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。放射光分析技術の産業利用を目的としてSpring-8稼働前の1996年に発足したサンビーム共同体は、1998年に専用ビームライン設置契約を締結し、1999年9月より2本のビームラインの利用を開始した。各ビームラインは産業界の幅広いニーズに対応するため複数の実験手法に対応しており、利用開始以降も中間評価や契約更新などの節目に大型設備投資を行って、最新の技術と装置を産業利用に適した仕様で導入してきた。

2017年度には第Ⅱ期設置契約に対する利用状況評価と第Ⅲ期に向けた次期計画書の審査を受け、2018年からの第Ⅲ期設置契約が認められた。

## 2. ビームラインの概要

BL16XUの基本仕様を表1に、BL16B2を含めた機器配置を図1に示す。

光源は磁石周期長をSpring-8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、標準型よりも低エネルギー側までX線を利用可能である。光学ハッチには液体窒素循環間接冷却方式

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
エネルギー	4.5~40 keV
単色器	液体窒素循環間接冷却式二結晶 Si (111)
光子数 ビームサイズ (マイクロ時)	~10 <sup>12</sup> photons/s, 1.0 mm角以下 (~10 <sup>10</sup> photons/s, 0.5 μm角以下)
実験装置	HAXPES装置、8軸X線回折計、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/XAFS/XMCD)、蛍光X線装置(波長分散型/エネルギー分散型)、その場測定用ガス設備

のSi (111) 二結晶単色器が設置され、ベントシリンドリカルミラーとの組み合わせにより、サイズ1 mm角以下で高いフラックスと位置安定性を持ったビームが得られる。このほか光学ハッチ内には、XMCD実験用のダイヤモンド位相子とHAXPES実験用のチャンネルカット結晶分光器が設置されている。

実験ハッチ最上流には、マイクロビーム実験用のピンホール・スリットとHAXPES実験用のシリンドリカルミラー、アッテネータを収容するHe雰囲気チャンバーが設置されている。その下流には、HAXPES装置、8軸X線回折計、マイクロビーム形成装置および可搬式の蛍光X線分析装置が一行に設置されており、各装置を用いる実験を短時間で切り替えることができる。ま

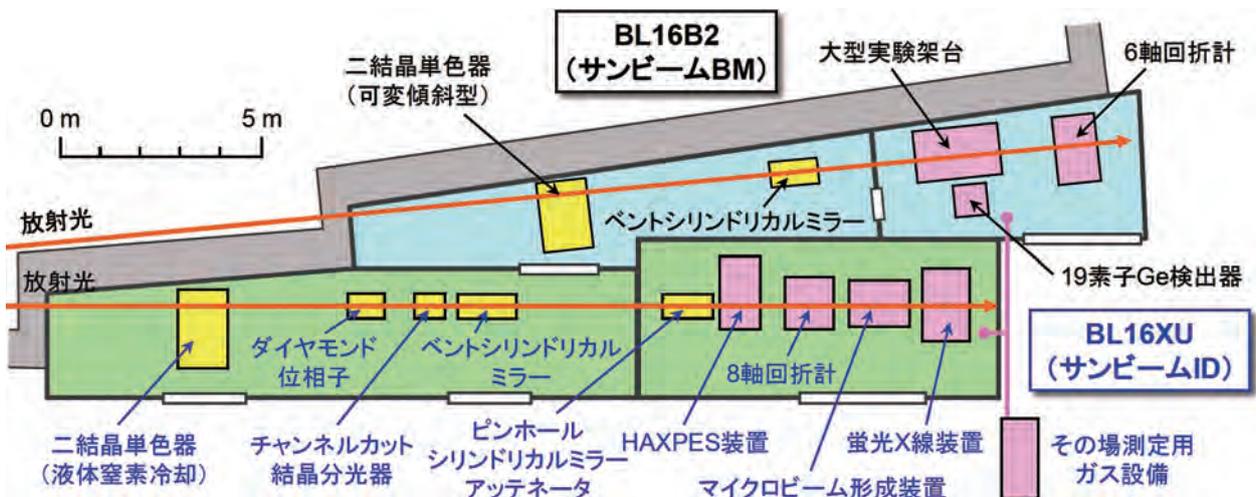


図1 BL16XUおよびBL16B2の機器配置 (2018年3月時点)

〔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)  
(2018年3月現在、50音順)

た、ガス雰囲気下や昇温過程のその場測定を行うための反応性ガス供給・排気装置および試料加熱ステージや、CdTe検出器、ピクセル検出器（PILATUS 100K, MYTHEN 1K）など用途に合わせたX線検出器が利用可能である。

### 3. 利用状況

BL16XUで実施された各社の利用研究課題の適用分野および測定手法について、2008年度から2017年度までの推移を図2および図3に示す。縦軸は各社利用に配分されたビームタイムに占める割合である。

直近3年間の主な適用分野は半導体、電池、および素材で、利用割合も2016年度と2017年度はほぼ同じとなっている。半導体ではGaNやSiCなどの化合物系半導体、電池ではLiイオン二次電池、素材では金属部品や機能性ナノ粒子材料などへ適用されている。

測定手法も直近3年間はほぼ同じ割合で、2013年にピクセル検出器や試料加熱ステージを導入して高度化した

X線回折と2014年に利用開始したHAXPESがそれぞれ4割以上を占め、ピエゾステージの導入で高速化されたマイクロビームがこれに続いている。X線回折では試料加熱ステージを使った結晶化過程の観察、HAXPESでは試料搬送ベッセルを利用した電池電極表面の分析が行われている。

### 4. サンビーム共同体の成果公開

サンビームで得られた共同体各社の成果は、適時、それぞれが関連する分野の学会や論文で公開されているが、技術開発などサンビーム共同体としての成果を含め、各社が連携して成果をアピールする場として、2001年から開催している「サンビーム研究発表会」と、2011年度から公開技術報告書として発刊している「サンビーム年報・成果集」がある。

2017年度の第17回サンビーム研究発表会は第14回Spring-8産業利用報告会（8/31-9/1、川崎市産業振興会館）として合同開催され、サンビームからは口頭5件（以

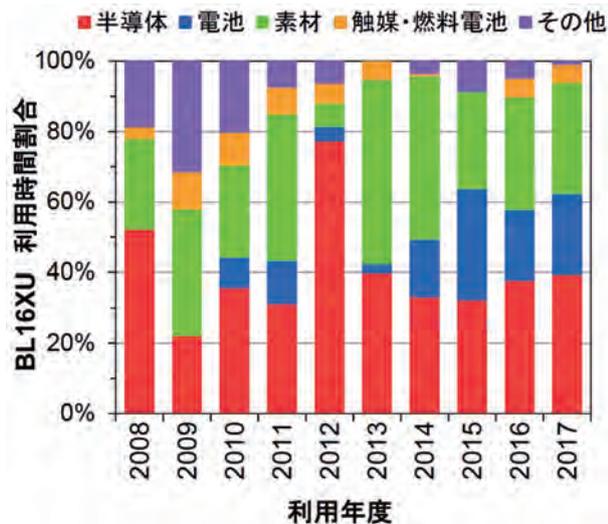


図2 利用研究課題の適用分野の推移

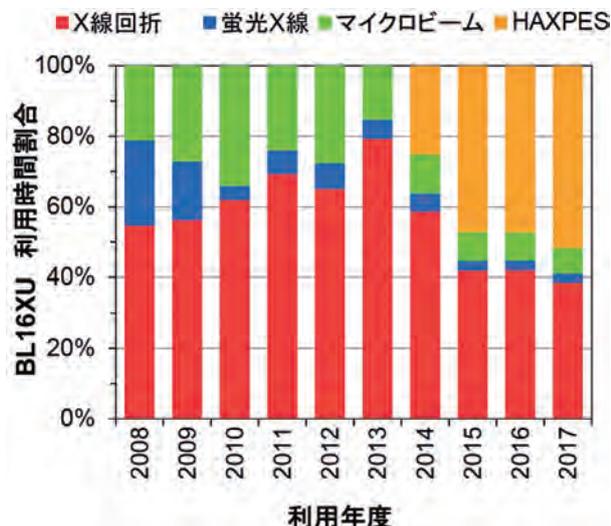


図3 利用研究課題の測定手法の推移

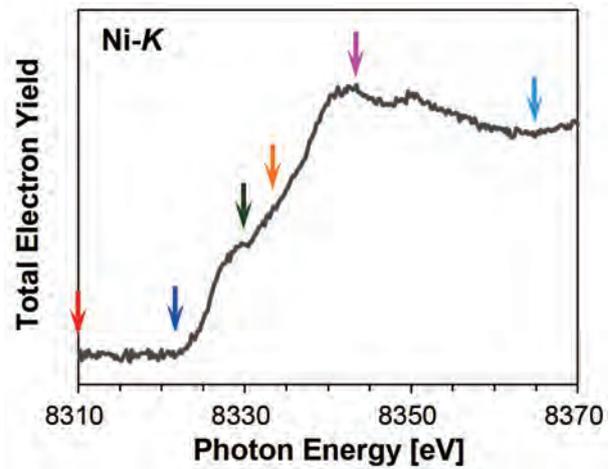


図4 Ni板のNi-K吸収端XANESスペクトル

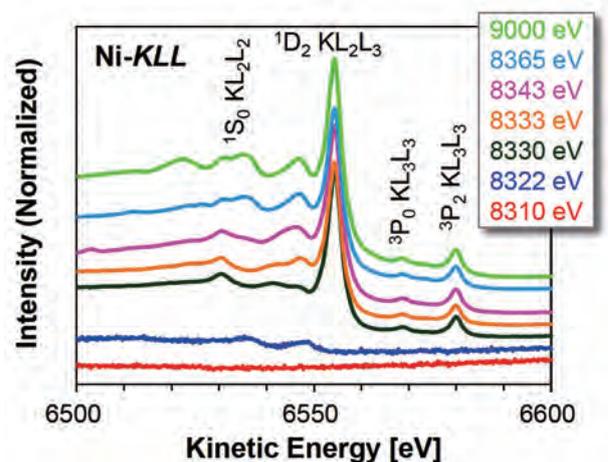


図5 Ni-KLL オージェスペクトルの励起エネルギー依存

降、BL16XUとBL16B2の合計件数)、ポスター28件の発表を行った。このうち口頭3件とポスター1件が、同報告会の優秀発表賞を受賞している。

サンビーム年報・成果集は、2018年3月にVol.7が発刊された。共同体各社による24編の成果報告論文に加え、共同体の活動報告、サンビーム研究発表会の抄録、成果発表一覧が掲載されており、共同体関係者のほかSPring-8産業利用報告会や施設公開などの場で広く一般の方々にも配布している。サンビーム年報・成果集を含む共同体の成果は、サンビーム共同体のホームページでも公開している<sup>[1]</sup>。

## 5. 研究・技術検討事例

2017年度は、HAXPES装置を利用した技術開発として、チャンネルカット結晶分光器 (CCM) を退避させ二結晶単色器の定位置出射ビームを利用するエネルギー掃引HAXPESの検討を行った<sup>[2]</sup>。HAXPESにおいて励起エネルギーを連続的に変えることができれば、共鳴励起あるいはオージェスペクトルの励起エネルギー依存を利用した電子状態の詳細な解析や、オージェ電子収量法による状態選別XAFS測定を、従来よりも大きな検出深さで行うことが可能となり、産業利用には極めて有効である。

通常のHAXPES測定用の光学系からCCMを退避するとビーム高さが変化するが、電子分光器の高さを調整することで対応した。また、励起エネルギー8 keVにおけるエネルギー分解能と測定感度をAu4f<sub>7/2</sub>ピークで評価した結果、半値幅はCCM退避前の0.4 eVから1.2 eVに低下したものの、高さは約30倍に増大し、測定感度が大きく向上した。

図4はHAXPES装置内で試料電流法により測定したNi板のNi-K吸収端XANESスペクトルである。スペクトル形状は金属Niの文献データに近く、表面の自然酸化膜の影響を受けていないことが分かる。このスペクトル中の各矢印の励起エネルギーで測定したNi-KLLオージェスペクトルを図5に示す。主ピークの左右に現れるサテライトピークの強度が、文献<sup>[3]</sup>と同様に励起エネルギーに依存して変化することを確認できた。

本検討により、CCM退避と簡単な装置調整のみでエネルギー掃引HAXPES測定が行えることを確認できた。励起X線のエネルギー幅の拡がりによりエネルギー分解能は低下するものの、オージェスペクトルは原理的にこの影響を受けないため、特にオージェ電子収量法による高感度かつバルク敏感な状態分別XAFSの実用化が期待される。今後は、二結晶単色器によるエネルギー掃引と電子分光器によるスペクトル測定を連動させる制御ソフトウェアの開発など、利用環境の整備、向上を進め

ていく。

## 参考文献

- [1] 産業用専用ビームライン建設利用共同体研究成果公開ホームページ  
<https://sunbeam.spring8.or.jp/>
- [2] 横溝 臣智:サンビーム年報・成果集, 7, p.p. 20-23, (2018).
- [3] L. Kövér et al.: *Phys. Rev. B*, 73, 195101 (2006).

サンビーム共同体 2018年度合同部会長  
株式会社東芝 吉木 昌彦