

BL16XU (理研 分析化学 I) サンビーム共同体

1. はじめに

BL16XU (理研 分析化学 I) は、2024 年度にサンビーム共同体から理化学研究所に移管した 2 本のビームラインの一つである。光源には、挿入光源である真空封止アンジュレータを採用し、その高輝度の特徴を活かして各社の測定ニーズに対応するべく、サンビーム共同体が硬 X 線光電子分光 (HAXPES) 装置およびマイクロビーム形成装置、理化学研究所が X 線回折装置を整備している。

分光器下流に入射 X 線の mm 程度の集光と高次光低減のために Rh コートされたベンドシリンドリカルミラー (集光鏡) を備えている。縦跳ね配置であり、光軸から退避も可能である。これを用いることで、測定試料位置で 1 mm 角以下のビームサイズで高いフラックスと安定性を得ている。

2. ビームラインの概要

BL16XU の基本仕様を Table 1 に、機器配置を Fig. 1 に示す。

光源には真空封止型水平直線偏光 X 線アンジュレータを用いており、磁石周期長は SPring-8 標準の 32 mm より長い 40 mm としている。これにより、産業界で重要な元素の一つである Ti の K 吸収端を用いた吸収分光の計測が可能な低エネルギー X 線が利用できる。

分光器には、液体窒素循環間接冷却方式の二結晶分光器を備えている。本分光器は 2024 年度夏季に理化学研究所が更新した。分光結晶は対称反射の Si(111) および Si(311) の二組の二結晶分光器であり、Si(111) と Si(311) を並進で切り替えて利用できる。2024 年夏季までの Si(111) のみの二結晶分光器のエネルギー範囲 4.5 keV ~ 40 keV に比べて、高エネルギー側の利用可能なエネルギー範囲が拡大した。

Table 1. BL16XU の基本仕様

光源	真空封止アンジュレータ 周期長 40mm / 周期数 112
エネルギー	4.5 keV ~ 72 keV
単色器	液体窒素循環間接冷却方式二結晶 Si(111), Si(311)
光子数・ビームサイズ	~10 ¹² photons/s ・ 1.0 mm 角以下 マイクロビーム ~10 ¹⁰ photons/s ・ 0.5 μm 角以下
実験装置	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硬 X 線光電子分光装置 (HAXPES) ・ 8 軸 X 線回折装置 【理研】 ・ マイクロビーム形成装置 <li style="padding-left: 20px;">走査型 : X 線回折 / 蛍光 X 線 / XAFS / XMCD <li style="padding-left: 20px;">結像型 : XAFS / CT ・ その場測定用ガス設備 ・ 大気非暴露実験装置

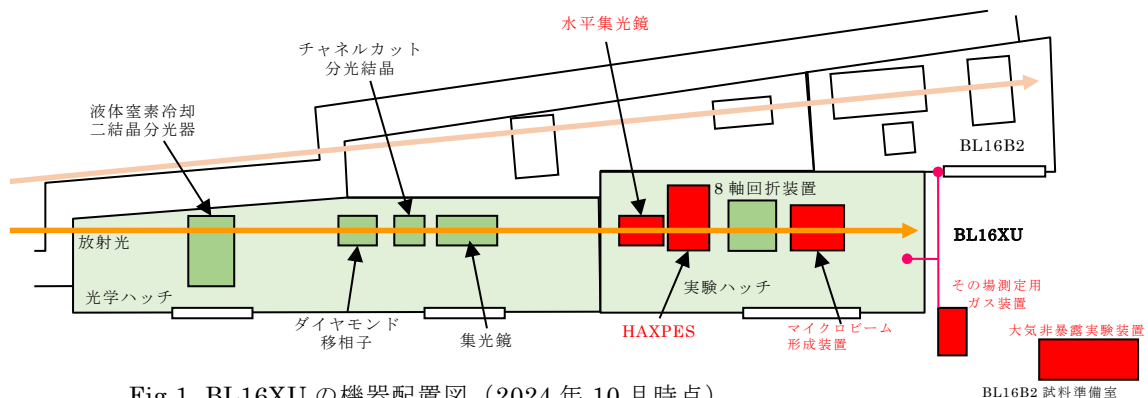


Fig.1. BL16XU の機器配置図 (2024 年 10 月時点)
赤色がサンビーム共同体装置、緑色が理化学研究所に移管した装置

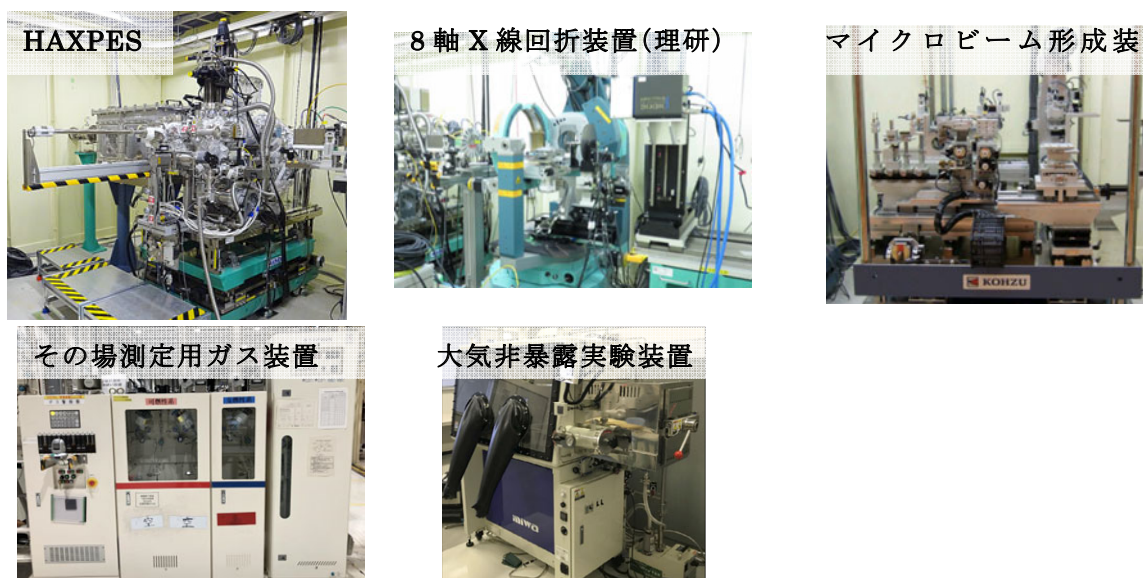


Fig.2. 実験ハッチ内の装置および付帯共通設備

光学ハッチ内にはその他に、X線磁気円二色性(XMCD)測定のためのダイヤモンド移相子、HAXPES測定時に入射X線のエネルギー分解能を上げるためのチャンネルカット結晶分光器が備えられている。なお、光学ハッチおよび光学ハッチ内の輸送部機器は理化学研究所に移管している。

実験ハッチ最上流には、マイクロビーム形成装置利用時に仮想光源として用いるピンホール・スリット、HAXPES利用時に水平方向に対して試料位置にX線を集光する球面ミラーやアッテネータ、X線シャッターがHeチャンバ内に設置されている。

測定装置の写真をFig.2に示す。上流から、HAXPES装置、8軸X線回折装置（理研）、マイクロビーム形成装置を備えており、各装置の切り替え時間が短時間で実施できるようになっている。また、サンビーム共同体の共通設備として、その場測定用ガス取扱設備と大気非暴露実験装置を備えている。その場測定用ガス取扱設備は、反応性や毒性を持つガスの供給排気を安全に取扱うための設備であり、様々な雰囲気下でのその場計測を可能としている。大気非暴露実験装置は、大気に晒されると変質してしまう試料を大気非暴露で計測

するための試料準備が可能にするグローブボックスであり、BL16B2試料準備室に備えている。ビームライン近くに備えることで、試料準備を計測直前に行うことができ、変質のリスクを低減することができる。

3. 利用状況

BL16XU で実施された各社利用研究課題について、適用分野および測定手法の過去 16 年間の推移を Fig. 2 および Fig. 3 に示す。縦軸は各年の各社に配分された利用時間の合計に対する割合であり、調整時間やスタディの時間は含まれていない。

適応分野では、過去数年間の状況に大きな変化はなく、半導体、電池、素材の 3 分野が主要な適用分野である。2024 年度からはサンビーム構成社は 13 社から 6 社となり、変化があると推察する。

測定手法で見ると、HAXPES の需要が高いことが分かる。2014 年に導入以降、HXPES はサンビーム共同体には不可欠な測定手法となった。X 線回折およびマイクロビームの利用も堅調である。蛍光 X 線装置は、需要の低下および装置の陳腐化のため 2023 年度に廃却した。

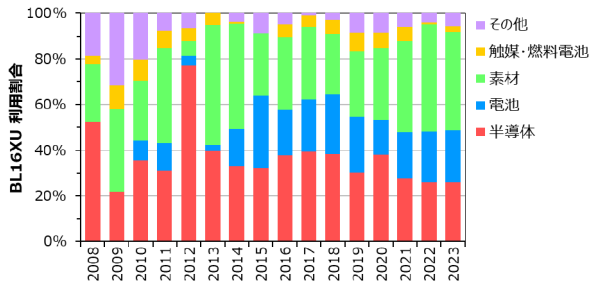


Fig.3. BL16XU での適用分野別推移

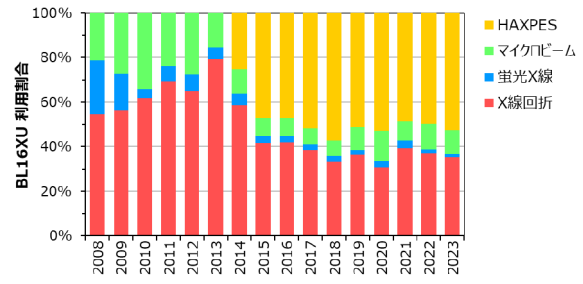


Fig.4. BL16XU での測定手法別推移

4. 現有実験装置

サンビーム共同体は第Ⅲ期までは専用ビームラインとして運用してきた。2024 年度からの第Ⅳ期サンビーム共同体は、理研外部協力型の形態で利用することとなり、BL16XU は理研ビームラインとなった。現在、サンビーム共同体が管理している実験装置は、HAXPES とマイクロビーム形成装置である。それぞれの現状を示す。

4-1. HAXPES

今年で稼動 10 年目を迎えた BL16XU の HAXPES 装置は、産業利用で必要となる様々な機能を有する。例えば、共同体各社でニーズの高い電池材料の分析に対しては、搬送ベッセルによる大気非曝露導入を可能とし[1]、電極の測定でしばしば問題となるチャージアップへの対策として、電子とイオンを併用した高性能帯電中和システムやアッテネータ (Fig. 5)、これらに加えて、X 線シャッターを設置することにより[2]、幅広い試料で帯電を緩和できる。

また、半導体材料などで必要となる微小領域の分析に対しては、25 μm の集光 X 線による斜入射配置および全反射測定による高感度分析や、全反射/非全反射を利用した深さ方向分析が可能である。5 端子の電圧印加用試料ホルダーとスロットにより、4 端子法を用いた高精度な電圧印加測定にも対応可能である[3]。

さらに、製品開発における材料探索や性能確認では、多くの試料の分析が必要となるが、長さ 58 mm と大型の試料ホルダーによる自動測定が可能である。超高真空の測定チャン

バに併設された予備排気室も排気能力を高めることで、大型試料の導入と短時間の予備排気を同時に実現させた。

このようにサンビームの HAXPES 装置はこれまでに制御・検出系の更新などを進め、高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。

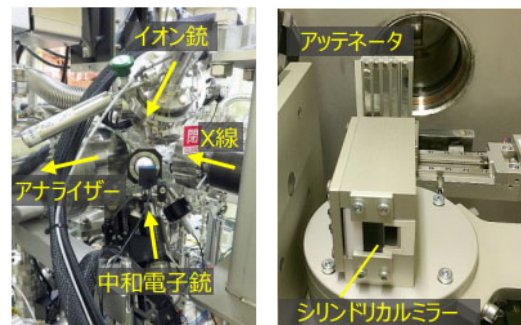


Fig. 5. 帯電中和システム (左) とアッテネータ (右) の写真

4-2. マイクロビーム形成装置

BL16XU のマイクロビーム形成実験装置は、実験ハッチ最上流のピンホールを仮想光源とし、KB 配置の楕円筒面反射鏡により集光するシステムである。Fig. 6 に集光までの機器配置を示す。ビームは輸送部の HAXPES と共用しているベンドシリンドリカルミラーで縦横集光を行い、仮想ピンホールで点光源を作成する。更に KB ミラーによって縦横それぞれ集光を行うことでマイクロビームを実現している。10 keV における最小ビームサイズは 0.2 μm \times 0.23 μm となっており、XZ ピエゾ

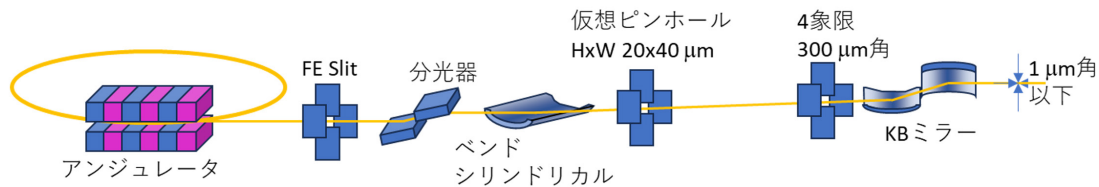


Fig. 6. マイクロビーム形成実験装置

ステージに設置したサンプルを走査することで、マッピングを行う。検出器は Amptek の軽元素対応 SDD、CdTe 検出器、Pilatus 100K、透過配置の IC などが利用可能となっており、LabVIEW を用いて作成したプログラムにより各機器を連動した連続測定を可能としている [4]。これにより、マイクロ X-ray fluorescence (μ -XRF)、マイクロ X-ray diffraction (μ -XRD) といった測定が同時に利用可能である。また、FZP による集光光学系も利用可能 [5] であり、利用希望社があれば、立ち上げを行う準備がある。

4-3. その他

BL16XU の 8 軸回折計は 2024 年に理化学研究所に移管した。8 軸回折計に合わせ、PILATUS 100K、PILATUS 300K-CdTe、XRD 計測用試料加熱炉 (Anton Paar 社製)、スパイラルスリットを移管した。今後の再整備および高度化を理化学研究所が進めていく。

参考文献

- [1] M. Yoshiki et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 69 (2023).
- [2] R. Arai, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **12**, 13 (2022).
- [3] K. Fujii et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **8**, 55 (2018).
- [4] A. Yoneyama, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **6**, 17 (2016).
- [5] A. Sakaki, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **9**, 17 (2019).

サンビーム共同体 2024 年度技術 WG 主査
山口 聡 (株式会社豊田中央研究所)