

## BL16B2 (理研 分析化学Ⅱ) サンビーム共同体

### 1. はじめに

BL16B2 (理研 分析化学Ⅱ) 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。光源に偏向電磁石を用いたビームラインであり、各社の測定ニーズに対応するべく、サンビーム共同体が XAFS、X 線トポグラフィ、X 線イメージングを整備している。理化学研究所は、2024 年度からデジタル X 線トポグラフィ装置を整備予定である。

### 2. ビームラインの概要

BL16B2の基本仕様をTable 1に、機器配置をFig. 1に示す。

光源は偏向電磁石であり、分光器は可変傾斜型分光器である。分光結晶としては、表面がSi(111)、Si(311)の2種類を備えており、基本的にSi(111)結晶の対称反射配置で用いて幅の広いビームが得られる。Si(111)では得られない37 keV以上の高エネルギーX線で幅の広いビームが必要な場合は、Si(311)結晶へ交換することで実現できる。Si(111)結晶の場合は傾斜によってSi(311)反射、Si(311)結晶の場合は傾斜によってSi(111)およびSi(511)反射を合わせて得ることができ、4.5 keV~113 keVの広帯域エネルギーのX線が得られる仕様となっている。光学ハッチ内には、高次光低減およびサブミリ程度に集光のためにRhコートしたベンドシリンドリカルミラー（集光鏡）を備

えており、XAFS測定時に高次光低減とフラックス増加に役立っている。一方、イメージング利用で幅広ビームが必要な場合は、集光鏡は退避可能である。ミラー退避時のビームサイズは最大で5 mm(H)×50 mm(W)程度が得られる。

Table 1. BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
エネルギー	4.5 keV ~ 113 keV
単色器	可変傾斜型二結晶 Si(111)結晶, Si(311)結晶 回折面はSi(111), Si(311), Si(511)
光子数・ビームサイズ	~10 <sup>10</sup> photons/s 5 mm(H) × 50 mm(W) : 集光鏡なし 0.1 mm (H)×0.1 mm(W) : 集光鏡あり
実験装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>大型実験架台</li> <li>XAFS</li> <li>X線イメージング</li> <li>X線トポグラフィ</li> <li>25素子Ge検出器</li> <li>デジタルトポグラフィ装置（整備中、理研）</li> <li>その場測定用ガス装置</li> <li>大気非暴露実験装置</li> </ul>

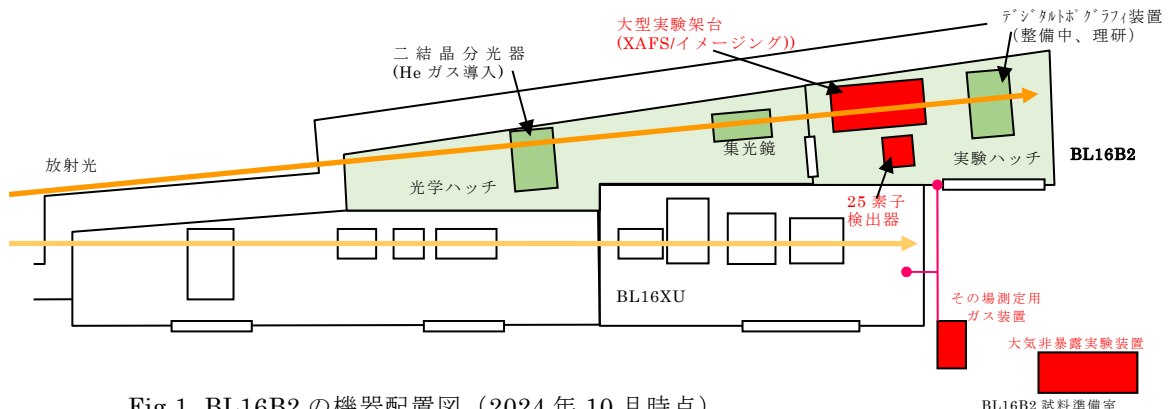


Fig.1. BL16B2の機器配置図 (2024年10月時点)  
赤色がサンビーム共同体装置、緑色が理化学研究所に移管した装置



Fig.2. 実験ハッチ内の装置および付帯共通設備

実験装置は、実験ハッチ上流の大型実験架台に種々の機器を配置し、XAFS測定、イメージング測定、トポグラフィ測定を実施している。また微量元素の蛍光XAFS計測に有用である25素子Ge検出器を備えている。

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

BL16B2 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. 3 および Fig. 4 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。

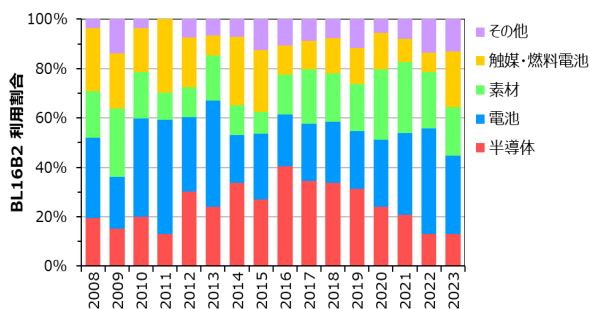


Fig.3. BL16B2 での適用分野別推移

適応分野では、年によりばらつきが大きい。全体傾向としては、半導体が 8 年前に比べると 1/4 程度に減少している。一方で、電池と触媒・燃料電池分野の利用が増加している。

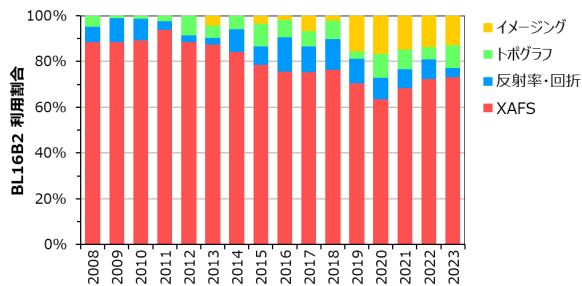


Fig.4. BL16B2 での測定手法別推移

測定手法で見ると、ほぼ毎年 XAFS の利用が 70%以上を占めており、幅広い分野で活用されていることが分かる。一方、イメージング、トポグラフィの利用も 2020 年以降は 20% 以上で増加傾向にある。これは、2018 年度のノイズフリー X 線イメージングシステムの導入および長年の輸送部 SG の取り組みにより、イメージングに適した入射 X 線を供給できる

ようになり、サンビーム共同体内での活用が高まったためと考えられる。

#### 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、BL16B2は理研ビームラインとなった。サンビーム共同体としては、大型実験架台上で、主に XAFS 計測、CT やラミノグラフィなどのイメージング計測、トポグラフィ計測を可能にしている。

##### 4-1. XAFS 測定

BL16B2 においては、XAFS 測定用の検出器としてイオンチャンバー、ライトル検出器、転換電子収量検出器、および 25 素子 Ge 半導体検出器を備えている。25 素子 Ge 半導体検出器は蛍光収量法 XAFS において、非常に有用な検出器であり、サンビームにおいても、微量元素や薄膜試料、あるいは表面敏感計測のために広く活用されている。

実験架台に関しては、自由な実験配置を実現するために、エアパッド浮上式ステージを採用した大型定盤を設置しており、その上に  $\theta/2\theta$  型ゴニオメータ備えた試料ステージが設置されている。

サンビームでは電池材料や触媒材料など広範囲の視野での評価が重要なサンプルにも対応できるように、10 cm 角程度の大面積の反応分布を短時間で観察する 2 次元 XAFS 測定ソフトを独自に開発している[1]。

また、BL16B2 では、MOSTAB 搭載の単色器により、高速走査 X 線吸収測定（クイックスキャン XAFS）も可能となっている。近年は透過法 XAFS とエネルギー走査 X 線回折を組み合わせオペランド解析などの利用も行われている。

産業利用で重要なその場解析を実現するためには雰囲気制御が一つの重要な環境である。それを安全に行えるように、その場計測用ガス装置を備えている。

##### 4-2. CT およびラミノグラフィ計測

BL16B2 は最大で 5 mm(H) × 50 mm(W) の大きな面積の単色 X 線を得ることができる。その X 線を利用してイメージング実験を行うことが可能である。Table 2 にサンビーム共同体が保有している二次元検出器を示す。高分解能が得られる順番に並べた。また、これらの X 線カメラおよび高精度の回転ステージを用い、マイクロ X 線 CT 計測やラミノグラフィ計測が可能である[2]。回転ステージの偏芯精度は 1  $\mu\text{m}$  程度である。Step scan および On-the-fly のいずれの計測も可能なソフトウェアを備えてある。これらを用いることで、数  $\mu\text{m}$  の空間分解能を得ることができる。

Table 2 サンビーム共同体が保有する  
イメージング向け二次元検出器  
(高分解能が得られる順番)

機器名	仕様
Xsight Micron LC	レンズカップリング型 <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 5 倍レンズ 1 ピクセル=1.3 <math>\mu\text{m}</math>, 視野 2.6 mm 角</li> <li>・ 10 倍レンズ 1 ピクセル=0.65 <math>\mu\text{m}</math>, 視野 1.3 mm 角</li> </ul>
ORCA-Flash 2.8 + イメージング ユニット	レンズカップリング型 <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 等倍レンズ 1 ピクセル=3.63 <math>\mu\text{m}</math> 視野 6.97 mm × 5.23 mm</li> <li>・ 2.1 倍レンズ 1 ピクセル=1.73 <math>\mu\text{m}</math> 視野 3.32 mm × 2.49 mm</li> </ul>
Zyla5.5	ファイバーカップリング型 1 ピクセル=9.75 $\mu\text{m}$ 視野 25 × 21 mm
フラットパネル 検出器	1 ピクセル=50 $\mu\text{m}$ 視野 50 mm × 50 mm

一方で、大きな計測対象の観察のために非対称結晶を用いて 20 mm(H) × 50 mm(W) の入射 X 線を実現する非対称結晶を保有している。

Si(111)のオフ角 2.5 度、5.5 度、Si(311)のオフ角 2.0 度と 4.5 度であり、狙いの X 線エネルギーはそれぞれ 25 keV、15 keV、54 keV、33 keV である。このサイズの X 線に対しては Zyla5.5 を用いて 20 mm 角以上の観察が可能であり、大面積のマイクロ X 線 CT 計測が可能である[3]。また非対称結晶及び対称結晶を用いた屈折コントラスト型位相イメージングも可能である[3]。

また、より高品質なイメージング計測を行うためには、入射 X 線の面内の強度均質性が重要となる。これまでサンビーム共同体はそれを実現するために、分光結晶や Be 窓起因の画質低下を抑制する取り組みを行っている。[4-6]。分光結晶のカーボン汚れの低減対策および定期的な評価、Be 窓の汚れ低減対策を行い、より高品質なイメージング実験を行えるような管理を共同で行っている。

#### 4-3. X 線トポグラフィ

BL16B2 で得られる入射 X 線サイズは最大で 5 mm(H)×50 mm(W)であり、これを用いて  $\phi$ 2 インチの単結晶基板の X 線トポグラフィ計測が可能である[7,8]。X 線トポグラフィ計測では、通常、入射角制御に数秒の精度が必要であり、大型実験架台上の  $\theta/2\theta$  ゴニオが利用できる。その入射角制御の調整にフラットパネル検出器を用いることができ、極めて効率的な調整が可能である。また Si 等の完全結晶の評価のための高精度タンジェンシャルバー式の一連ゴニオおよび二連ゴニオも備えている。

転位の観察にはサブミクロンの空間分解能が必要であり、その際はより空間分解能が必要となる。サンビーム共同体は高分解能の X 線カメラもしくは X 線フィルムを用いた観察が可能である。X 線フィルムを現像処理するための簡易暗室をサンビーム共同体は試料準備室に備えている。

#### 4-4. その他

BL16B2 最下流の 6 軸回折計は理化学研究所に譲渡し、2024 年度から超多ピクセル X 線カメラを搭載したデジタルトポグラフィ装置を理化学研究所が整備する計画である。

#### 参考文献

- [1] M. Oki, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **9**, 15 (2020).
- [2] N. Takao, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **7**, 16 (2018).
- [3] D. Takamatsu, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 19 (2023).
- [4] T. Kawamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **6**, 13 (2016).
- [5] T. Kawamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **10**, 11 (2021).
- [6] T. Kawamura et al., *SPring-8/SACLA Research Report* **9**, 567 (2021).
- [7] S. Yamaguchi et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **58**, 06901 (2019).
- [8] Y. Nakamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 34 (2023).

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)