

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、13社・グループ^[脚注]で構成され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。1998年8月に専用ビームライン据付工事着工申請書が承認され、BL16XU/B2ともに設置・利用が開始され、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た^[1]。2006年度に、供用開始からのサンビームの成果をまとめるとともに、2008年度からの10年間の次期計画を申請した。2007年度に次期計画が承認されたことを受け、2007年度と2008年度の2ヵ年度にわたって、大幅な設備更新・改造を実施した^[2]。その後も、サンビーム共同体各社のニーズに合わせて、機能向上を継続的に行っている。2013年度には、中間評価を受け、「継続」の評価結果を得た。

2. ビームライン・実験装置の概要

2013年度は、硬X線光電子分光 (HAXPES) 装置の導入を進め、光学ハッチ、実験ハッチの一部を改造した。さらに、回折実験の高度化のため、多次元検出器装置 (二次元検出器 PILATUS と一次元検出器 MYTHEN)、及び、同多次元検出器を有効活用するため、in situ 実験に適した

高温雰囲気制御が可能な加熱試料台を導入した。

BL16XUの実験装置などの機器配置の概略図を図1に、基本仕様を表1に、それぞれ示す。光源は磁石周期長を標準型の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あり、より長波長側の放射光X線の発生を可能としている。光学ハッチには、上流側から、液体窒素循環間接冷却方式Si(111)二結晶単色器、ダイヤモンド移相子、新たにHAXPESのために導入されたチャンネルカット結晶分光器、及びベントシリンドリカ

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 ¹² photons /s (マイクロビーム ～10 ¹⁰)
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 (2014A期利用開始予定) 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

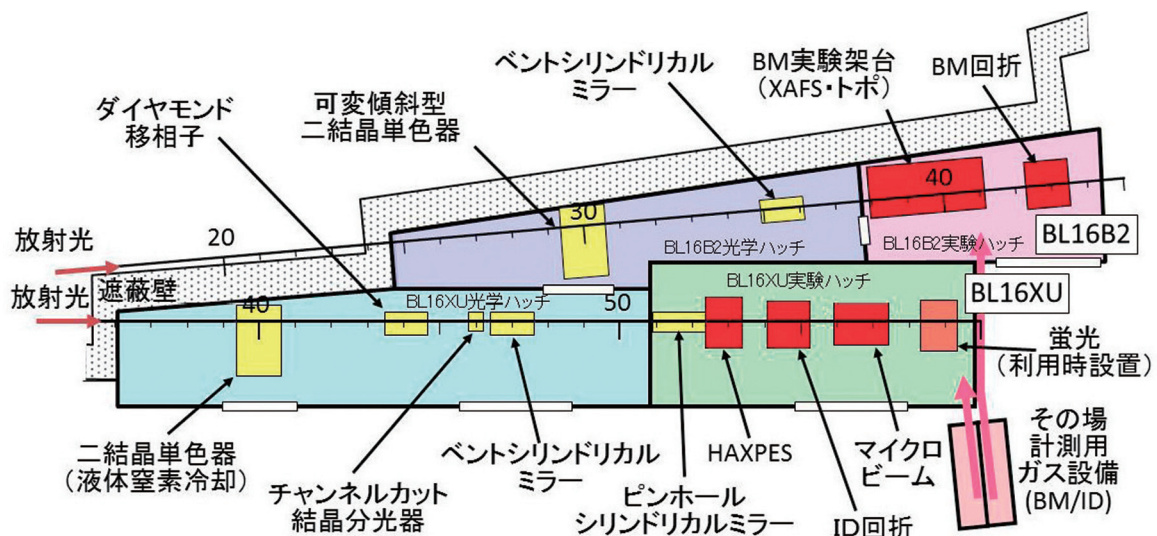


図1 BL16XU及びBL16B2における機器配置概略図 (2014年3月時点)

[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) (2014年3月現在、50音順)

ルミラーが設置されている。液体窒素冷却により、実験ハッチに導入されるビームは、1 mm角以下のサイズで、高いフラックスと位置安定性を有する。移相子を用いて、円偏光を生成し、X線磁気円二色性 (XMCD) 実験を行える。実験ハッチ内には、上流側から、HAXPES装置、8軸X線回折装置及び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パー内にHAXPES用ビーム形成のためシリンドリカルミラーが新設された。そのほかの主な装置として、高エネルギーX線回折高度化のためCdTe検出器や、ガス雰囲気下でのその場測定を行えるように、反応性ガス供給・排気装置を備えている。

3. 利用状況

BL16XUにおける2013AB期（2013年度）の各社の実験装置別利用割合を図2の右端に示す。それまでの年度と比較して、装置別利用割合の大小関係は変わらないが、2012年度に比べ、X線回折装置の利用がやや増え75%程度、マイクロビーム形成装置の利用がやや減り15%程度、残りを蛍光X線分析装置の利用が占めた。

一方、2013AB期の各社の利用研究課題の適用分野別の比率を、2012AB期と比較して図3に示した。2013AB期では、2012AB期から引き続いて「半導体」分野の利用が多く、「素材」分野が増加した。これは窒化物系化合物半導体や有機半導体などの多様な電子デバイスや、環境・エネルギー関係分野の素材評価への利用が進んだことを表している。

4. サンビームの成果公開

各社の利用研究課題を通じてサンビームで得られた成果

は、各社から学会発表、論文投稿などで対外的に適時報告されている。そのような報告を基本としながら、サンビーム共同体としては、サンビームの対外的な発表の場として、「サンビーム研究発表会」と「サンビーム年報・成果集」の2つを用意している。「サンビーム研究発表会」は、2001年度よりサンビーム共同体が毎年主催して、直近の1年間に共同体各社のサンビームで得られた成果を発表する会である。2004年度からは、「SPRING-8産業利用報告会」をJASRI、兵庫県と共催している。「SPRING-8産業利用報告会」は、2010年度から（株）豊田中央研究所が加わり、SPRING-8の産業利用に関する最も規模の大きな報告会となっている。2013年度は、第13回サンビーム研究発表会（第10回SPRING-8産業利用報告会）（2013年9月5, 6日、兵庫県民会館）にて、ポスター23件、口頭5件の発表を行った^[3]。

一方、「サンビーム年報・成果集」は、サンビームでの各社利用実験課題の成果を論文形式で公開する媒体を提供する目的で2011年度より刊行を開始した冊子である。同年報・成果集は、JASRIの「重点産業利用報告書」の形式に倣った各社の成果報告論文、前述のサンビーム研究発表会の報告書、及びそれ以外のサンビーム共同体の年間活動記録などで構成されており、一年間のサンビームの成果と活動をまとめて閲覧できる内容となっている。2012年度に、同年報・成果集は、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。2014年3月には、同年報・成果集のVol.3を発刊した^[3]。サンビーム共同体の研究成果については、同年報・成果集とそれ以外の成果も含めて、サンビーム共同体ホームページで公開されている^[4]。

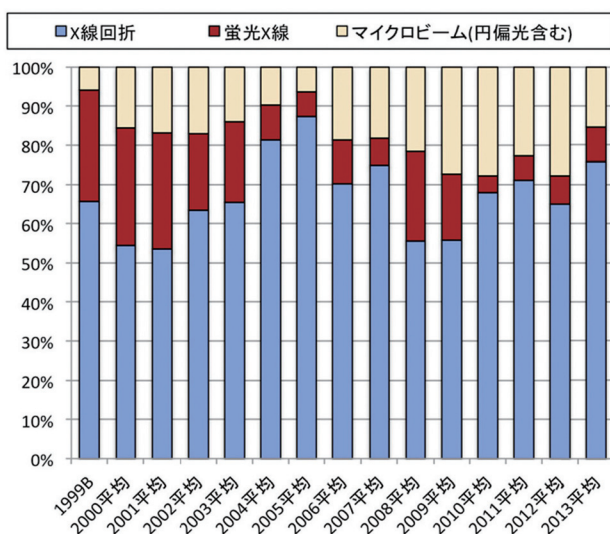


図2 BL16XUにおける実験装置別利用割合の年度別推移

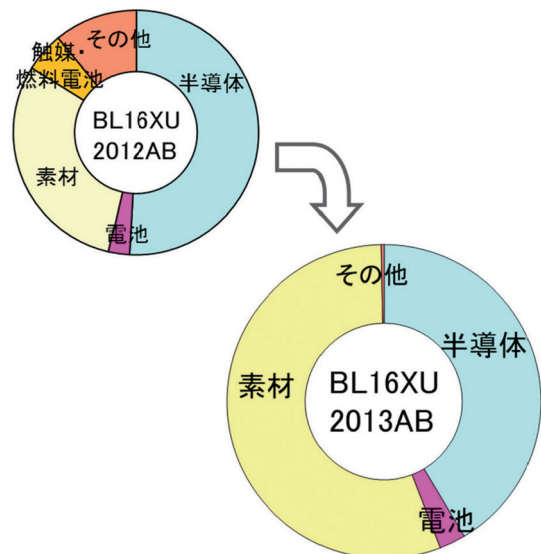
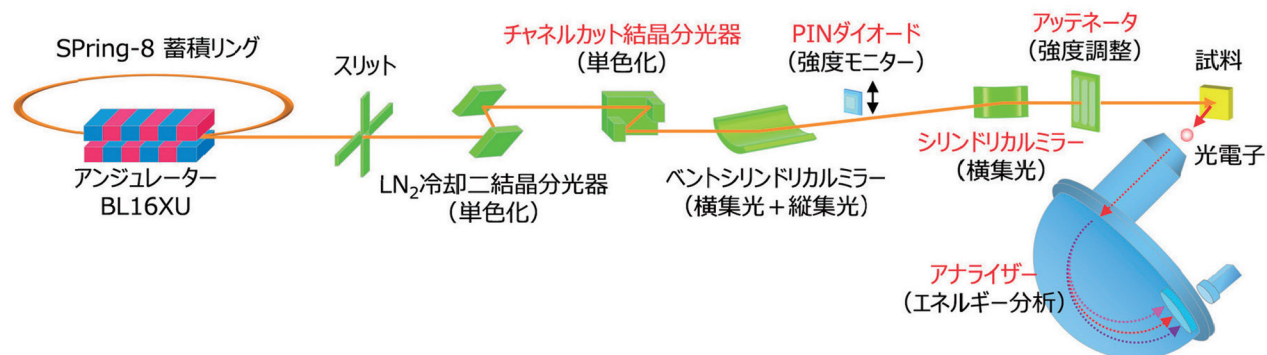


図3 BL16XUにおける利用研究課題の適用分野別比率



5. 新規導入装置と技術検討事例

以下に新規導入装置と技術検討事例を紹介する。

(1) 硬X線光電子分光（HAXPES）装置と多次元検出器（PILATUS/MYTHEN）装置の導入

① 硬X線光電子分光（HAXPES）装置

図4にHAXPES用ビーム形成のための光学系の模式図とHAXPES装置の外観写真を示した。光学系模式図から分かるように、チャンネルカット結晶分光器で、ビームのエネルギー分解能を高め、ベントシリンダリカルミラー及びシリンダリカルミラーで光電子分光アナライザーに適した形状にビームを集光してHAXPES実験を行う。

HAXPES装置は実績のあるVGシエンタ社製R4000をベースとし、大型試料ホルダーと自動測定機能による効率化、アッテネータによる検出器の飽和抑制による高精度化、電子銃/イオン銃併用の帯電中和システム、搬送ベッセルによる真空・不活性雰囲気下での試料導入など、各社ニーズを踏まえた特長を持たせた。2014A期にオンライン調整を終えた後、各社研究課題で利用予定であり、各種材料と電極との界面や、酸化物材料の表面汚染フリーな情報など、様々なアプリケーションの展開を図りたい。

② 多次元検出器（PILATUS / MYTHEN）装置

多次元検出器はエネルギーや角度分解能、測定範囲など回折実験条件に合わせDectris社製の二次元検出器PILATUS100Kと角度分解能を重視した一次元検出器MYTHEN1Kが選択可能であり、BL16XUとB2の回折計2θアーム上で設置位置を変えられるようにした。マイクロビーム形成装置を用いた利用や自由な実験レイアウトに対応するため、可搬式のYZステージ（可動域300 mm × 300 mm）架台を導入した。合わせて、Anton Paar社製のDHS1100を導入し、昇温過程でのin situ相変化測定など新規評価技術への対応を図り、2013B期にオンライン調整を終えた。

PILATUSの導入により、各種材料のin situ X線回折測定、小角散乱、逆格子マップ、DAFS、また斜出射深さ方向分解XAFSなど、幅広いアプリケーションの展開が期待できる。

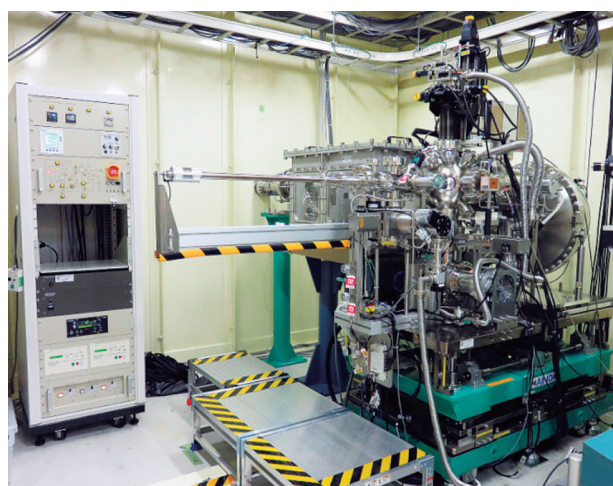


図4 HAXPES装置の光学系模式図とその外観

MYTHENは、すぐれた角度分解能を活かし、X線回折計用検出器として、従来に比較し、数分の一以下への測定時間短縮が期待できる。また、MYTHENは、放射光X線回折で、これまでのスリットスキャン中心のX線回折計の測定の仕方、装置の様式を変えていくと思われる。また、PILATUSとMYTHENを組み合わせた小角散乱と広角測定の同時測定、マイクロビーム形成装置と、PILATUSを組み合わせた微小領域での斜出射深さ方向分解XAFSなど、各社の創意工夫により、バリエーションに富んだ応用が続々と生まれると期待している。

図5と図6に、試料加熱中のin situ実験例を示す。銅板（Fe-0.5mass%C-1mass%Si）の1000℃まで加熱中のX線回折を観察した。図5は、室温から1100℃の温度範囲で回折測定が可能なAnton Paar社製DHS1100とDectris社製PILATUS100Kを用いたin situ実験の様子である。

図6は、1000℃まで昇温したときの、500℃、900℃、1000℃における二次元回折パターンで、残留酸素起因の鋼材表面に形成される鉄シリケートや酸化鉄の生成挙動、900℃付近での相変化など、期待通りに分解能を確保して観察できることを確認した。



図5 PILATUS と DHS1100 の外観写真

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.3 (2014) p.100-145.
- [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>

日産自動車株式会社 総合研究所
鈴木 直

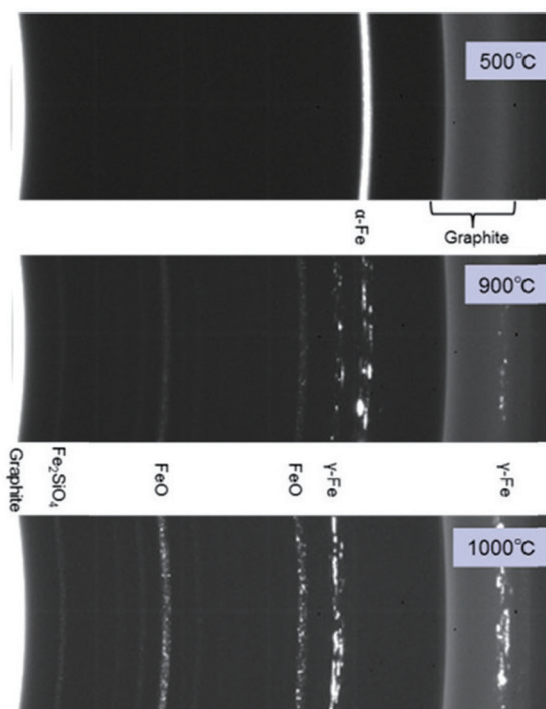


図6 鉄鋼材料の昇温中X線回折測定結果