

BL16B2 サンビームBM

1. はじめに

BL16XU (サンビームID) の項に述べたように、BL16B2 (サンビームBM) も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^[1-2]。同共同体は12社と1グループの民間13企業グループで構成する任意団体で、参画企業の事業分野には競合する領域もありながら、放射光利用研究の基盤となる領域については協調して研究開発を推進している世界的にも類をみないユーザーグループである。1996年の発足以来20年超に渡り、権利と義務を公平に分担することを原則とした運営方針に則ることで、今日にまでの継続を達成している。

今日の、放射光利用分析技術は多岐に渡るため、測定手法の高度化は、各社の得手・不得手を補完しあって活動を行っている。今後、益々の普及が見込まれるEV (Electric Vehicle) のような、異なる産業構造の事業者間の交流が不可欠な事業分野において、効率的な研究開発を推進可能なビームラインとなることを目指している。

2. ビームライン・実験装置の概要

サンビームBMの基本仕様を表1に示す。実験機器のレイアウトは、BL16XUの図1を参照されたい。光源は偏光電磁石で、光学ハッチに設置した可変傾斜型Si二結晶単色器により、4.5～113 keV (一次光) までの広いエネルギー範囲の単色X線を利用することができる。単色器の下流には、集光機能と高次光除去機能を備えたベントシリンドリカルミラーが設置されている。実験ハッチには、上流から大型実験架台、6軸回折計を設置している。大型実験架台の天板は平滑な定盤で、実験に必要な

表1 BL16B2 (サンビームBM) の基本仕様

項目	事項
光源	偏光電磁石
光子エネルギー	4.5～113 keV
単色器	可変傾斜型二結晶 (Si(111)、Si(311)、Si(511))
光子数	～10 ¹⁰ photons/s
ビームサイズ	0.1 mm(H) × 0.1 mm (V) (ミラー集光時) 60 mm(H) × 5 mm (V) (Si(311)配置)
実験装置	大型実験架台 (各種XAFS測定、X線イメージング) 6軸回折計 雰囲気制御用ガス設備

なステージなどのコンポーネントをエアパッド浮上式とし、簡易に動かせるようにしているため、各種測定法に対応可能なXAFS、X線トポグラフィおよびその他のX線イメージングを短時間で切り替えることができる。大型実験架台上では主にXAFS測定を行っている。XAFS用検出器にはイオンチャンバ、ライト検出器、転換電子収量検出器および19素子Ge半導体検出器を整備している。イメージング用の2次元検出器には、Pilatus検出器、フラットパネルディテクタ、X線イメージインテンシファイア (12インチ径) およびCMOSカメラを整備している。試料ステージは、 $\theta/2\theta$ 型ゴニオメータと、カメラ用ステージを備えている。これらを適宜組み合わせることで、mm角領域の2次元XAFSを行うことができる。

6軸X線回折計は、高エネルギーX線回折が行える他、サンビームの回折装置SG (サブグループ) で整備を進めているDAFS (Diffraction Anomalous Fine Structure) も行えるように制御系も整備している。

共通して、BL16XUと同様、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・排気装置や試料加熱装置を備えており、クイックスキャンXAFS (QXAFS) 計測系と組み合わせることで、材料の反応過程のその場XAFS測定が実施可能なことも大きな特徴としている。

3. 利用状況

サンビームBMの利用状況について、2008年度以降の利用状況の統計データを示す。各社利用時間と共同利用時

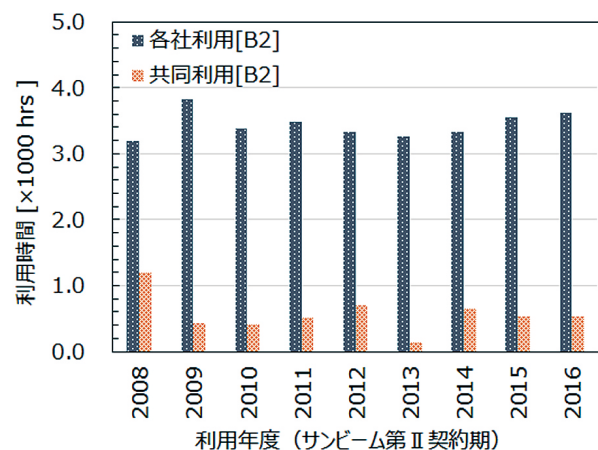


図1 各社利用/共同利用時間の推移

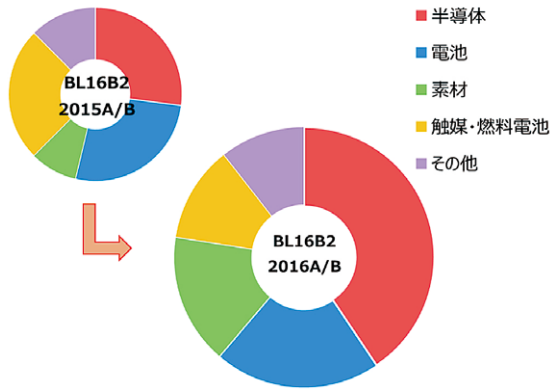


図2 適用産業分野の推移

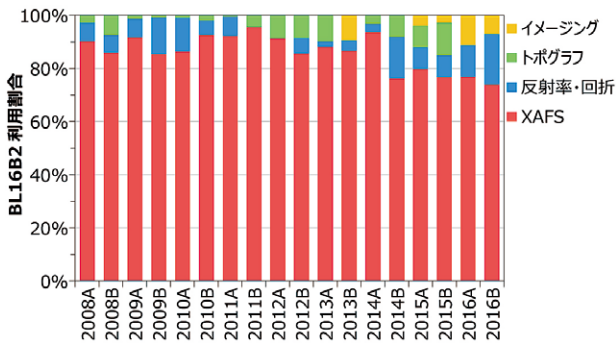


図3 利用技術の利用時間割合の推移

間の推移を図1に示す。年度単位で変動しているが12%程度の時間を共同で利用している。この時間はビームラインの性能保全の他に、産業ニーズの高まった新たな実験手法の整備や産業界が求める測定データ品質を担保するための機器整備や測定系確認などを行っている。

2015年度から2016年度にかけての各社利用分野の変遷を図2に示し、図3には2008年度以降の利用技術の推移を示す。各社適用産業分野の分類は、サンビームIDと同様に半導体、電池、素材、触媒・燃料電池およびその他に大別している。

適用産業分野は、前年度比で半導体と素材分野が増加した一方で、触媒・電池等の適用が減少している。

また利用技術の推移から、サンビームBMで利用頻度の最も高い技術がXAFSであることに違いはないが、2014B期以降で8割を超えていないことが分かった。利用分野と利用技術の前年度差分を統合的に解釈すると、半導体や素材に対する回折・反射率実験が増加していることが推察され、サンビーム共同体の回折装置SGとソフトSGが共同で整備を進めた試料構成元素の吸収端近傍の異常分散効果を積極的に活用したDAFS測定の利用が広がっていることが推察される。サンビーム共同体の利用状況を読み解くことで、刻々と変化する産業ニーズを把握でき、これに最適な実験環境整備を進めていくことができると考えている。

4. 研究・技術検討事例

サンビームID/BMの利用開始より約20年を迎えようとする現在において、基幹設備の老朽化対策や代替品の検討は、高精度で高品質な実験データを継続的に得るために必要不可欠な活動である。

ここでは、サンビームのXAFS装置SGが主導的したプログラマブル電流増幅器 (Keithley428) の代替機選定活動を報告する。周知の通りKeithley428はSPring-8供用開始時からサイト内の多くのビームラインで用いられてきたカレントアンプだが、メーカーの生産終了に伴って、近年では新規購入はもとより修理対応も困難といった課題がある。

今後も安定したXAFS測定環境を維持するため、Keithley428と同等以上の性能をもつカレントアンプを確保する必要があり、ここでは、都合3機種 (#A、#Bおよび#Cと表記) のカレントアンプについて、現行品との性能比較を実施した。

評価試料に標準Cu箔を用い、図4に示す透過XAFS測定配置でのQXAFS測定によって性能比較を実施した。AMP-1はKeithley428固定とし、AMP-2にはKeithley428および前記#A、#Bおよび#Cを用いて測定を行った。なお、カレントアンプの特性に応じてV/Fコンバータの極性等、適宜調整を行っている。積算時間は全て120秒とした。測定結果を重ねて図5に示す。

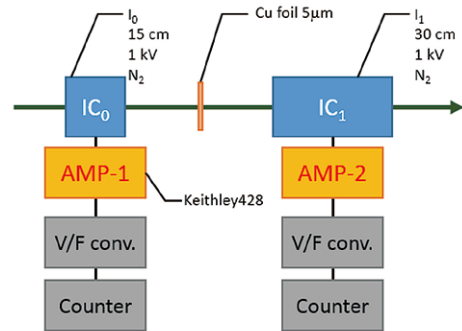


図4 カレントアンプ評価のためのXAFS測定レイアウト

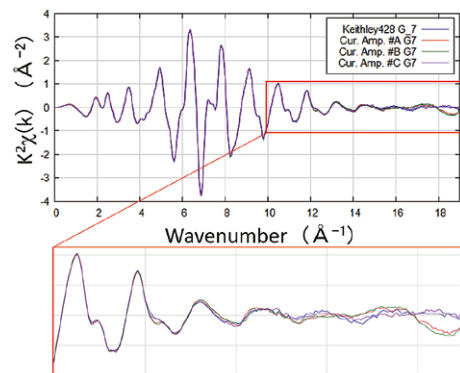


図5 Cu箔のEXAFS振動スペクトル
カレントアンプ依存性 (ゲイン)

EXAFS振動スペクトルの波数10以上で機種間差異が確認されたが、そのノイズレベルに大きな違いは認められなかった。代替機種選定を進めるため、ノイズフィルタ機能を持った機種#A、#Bについて、ゲインを変化させて測定したときのノイズレベルを評価した結果を図6に示す。なおノイズフィルタのパラメータ値は同一である。ゲインの増加に伴って両カレントアンプともにノイズレベルの増加が確認されたが、相対的にカレントアンプ#Bの方が小さいと判断し、Keithley428の代替機種として選定した。高輝度放射光のような極限的な分析プローブを、産業界が抱える技術課題の解決に用い続けるには、これらの高度な分析技術の原理を理解するだけでなく、その計測に至るまでの測定系の成り立ちを把握し、測定精度や測定の信頼度についても理解していることが肝要と考える。

各社の極めて重要な事業判断を左右しかねない実験データの取得や、これらの実験データから解析や考察を進めていく上で、上記を理解していることは極めて重要であり、サンビーム共同体の共同体参画各社が連携した実験環境整備活動はこれらの教育の場となっている。今後も継続することで、サンビーム新規ユーザーの教育を効率的に推進できると考えられる。

参考文献

- [1] 平井 康晴：SPring-8利用者情報，**4** (4)，(1999)
p.p.16-19.
- [2] 久保 佳実：SPring-8利用者情報，**6** (2)，(2001)
p.p.103-107.

サンビーム共同体 2017年度合同部会長
三菱電機株式会社 河瀬 和雅

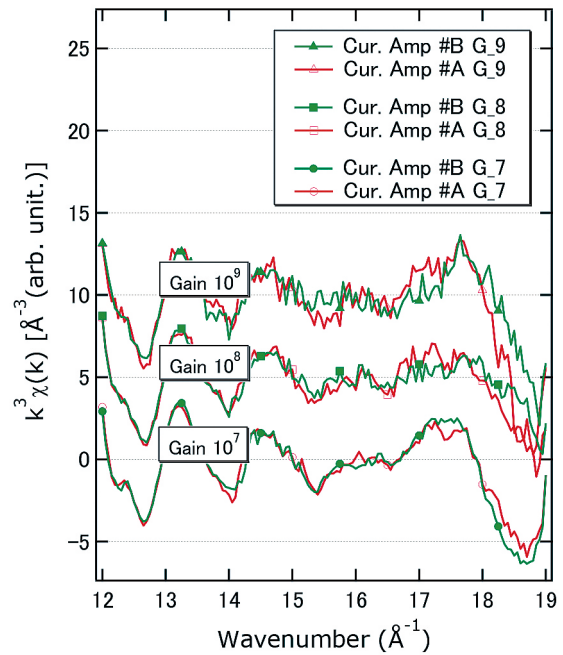


図6 Cu箔のEXAFS振動スペクトルゲイン値依存性