

2 県有ビームライン

1. はじめに

2010年度下期に6本目の県有ビームラインであるBL07の供用を開始して以来、全てのビームラインにおいて順調にシンクロトロン放射光の利用を行った。2014年度においても引き続き、シンクロトロン放射光利用技術の高度化を継続的に行った。これらの概要について、以下に示す。

2. 県有ビームラインの現状

表1に県有ビームラインの概要について示す。40 eVから35 keVの幅広いエネルギー範囲で、シンクロトロン放射光を利用した様々な実験が行えるようになっている。また、2014年6月には株式会社ニコンが設置したBL18の譲渡を受けた。7本目の県有ビームラインとして利活用を図っていく予定である。

3. 県有ビームラインの高度化・保守

利用者の利便性を高めるために2014年度に行った主な機器導入等の高度化は以下のとおりである。本年度は、既存実験設備の高度化や老朽機器の更新を中心に行った。

- ① 改造・高度化（第1期）（BL09A）
- ② インターロックシステムの更新

①BL09は遮へい壁の中に大型のミラーを設置してA、Bの二つの分岐ラインが整備されている。Aは白色光を利用するライン、Bは瀬谷浪岡型の直入射型の分光器を用いて数十 eV程度の極端紫外光を利用するビームラインである。白色光を利用するビームライン（BL09A）では、X線トポグラフィ実験やX線照射実

表1 県有ビームラインの概要

ビームライン	光源	光子エネルギー	主な実験手法
BL07 バイオ・イメージング	超電導ウィグラー (4 T)	5 keV – 35 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ タンパク質 X線回折 ・ X線イメージング (CT) ・ 高エネルギーXAFS ・ X線マイクロビーム利用 ・ 蛍光 X線分析 ・ 照射 (放射線効果)
BL09A 照射・結晶構造	偏向電磁石	白色光 (ピーク 4 keV)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 照射 (放射線効果) ・ 白色・単色 X線トポグラフィ
BL10 ナノサイエンス	偏光可変 アンジュレータ	40 eV – 900 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ 光電子顕微鏡 ・ 角度分解 X線光電子分光 ・ NEXAFS
BL11 局所構造	偏向電磁石	2.1 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ XAFS ・ X線小角散乱 ・ 蛍光 X線分析
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ NEXAFS ・ X線光電子分光
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV・ 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線回折 (薄膜、粉末) ・ X線反射率測定 ・ 単色 X線トポグラフィ
BL18	偏向電磁石	～92 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ EUV 露光

験などが行われて来ており、2008年度の実験ホールの拡張に合わせ、ビームラインの延長を行い、ビーム幅を従来の30 mmから100 mm程度まで広げた。より照射幅の拡張が求められていることから、本年度より2年計画でビームラインの根本的な改造を行い、ビーム幅を400 mm以上確保することとした。このためには約17 mrad幅のビームを取り込む必要があり、初年度の工事では、このビーム幅のシンクロトロン光が取り込み、かつこれまでどおりの実験が行えるように遮へい壁直下までの機器について種々の改造を行った。発光点から約5 m下流に位置する遮へい壁において、100 mm幅のビーム幅を確保し、利用者が安全に実験を行えるよう、遮へい壁貫通口(図1)、水冷Be窓(図2)、ビームシャッター(図3)などの機器の改造を行った。



図1 大きくした遮へい壁貫通口 (250 mmφ) と設置中のビームダクト (150 mm(W)×40 mm(H))。奥に見える貫通口はビームライン BL09B 用のもの。後に、十分な厚みの鉛で埋めもどされる。

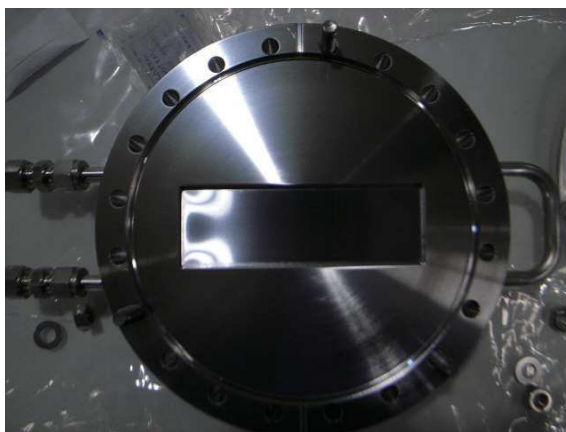


図2 新しく設置した水冷 Be 窓
有効領域 : 110 mm(W)×30 mm(H)、厚さ : 0.6 mm



図3 新しく設置されたビームシャッター槽。電子ビーム入射時の散乱された放射線が実験ホールに漏れだすのを防ぐために中に 200mm(W)×80mm(H)×150 mm(t)のヘビーメタルが設置されている。

一方、最下流では従来どおりの実験を行う必要があり、余分なビームを取り除くための偏心マスク(図4)を実験ホールに設置した。

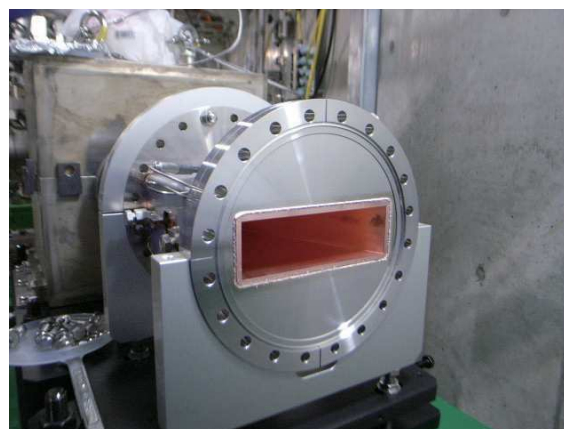


図4 実験ホールに設置した偏心マスク。余分なビームを熱として取り除き、実験ハッチ内では、従来どおりの 100 mm 幅のビームの利用が可能である。

②インターロックシステムは、当研究センターにおける利用者の安全を確保し、また誤操作による事故や装置の故障等を防ぐために重要な機器である。最初の県有ビームラインが建設されてから既に10年近くが経過し、インターロックシステムの根幹をなすプログラマブルロジックコントローラ (PLC) や周辺機器の製造や機器の修理などの対応が終了し、故障等が発生した場合、ビームラインの利用が長期間ストップしてしまうことが予想されることから、本年度より3年間をかけて計画的に最新機種への置き換えと、これまで

に発見されたロジックの不具合の修正を行っていくこととした。本年度は、全ビームラインに関する光源フロントエンド制御盤、インターロック集中監視盤、ビームラインBL15主制御盤について、PLCとその周辺機器の置き換えとロジックの改修を行った。

4. 利用支援技術の高度化研究

県有ビームラインには、最先端の材料やデバイスの開発を行うためにシンクロトロン放射光を利用した高度な利用についての要求がある。このような利用に応えるため利用技術の高度化のための機器導入の他にも、センタースタッフによる利用技術や解析の高度化研究がおこなわれている。以下にいくつかのトピックスを紹介する。

BL07は4 T超電導ウィグラーを光源とし、20 keVを超える高エネルギーのX線の利用が可能なビームラインである。BL07にはこのような高エネルギーのX線を利用し、精度の高い回折実験を行うために大型の多軸X線回折計が整備されている。図5は20 keVのX線を使用し側傾法により調べた220反射の $2\theta - \sin^2\psi$ の関係である。高エネルギーのX線を使用することで、材料内部の情報を得ることが可能となる。これらの関係を調べることで、鉄板には262 MPaの圧縮応力がかかっていることを示した。

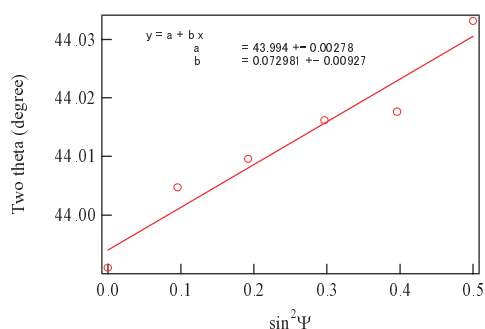


図5 BL07に設置した多軸X線回折計を用いて調べた鉄板からの200反射の $2\theta - \sin^2\psi$ の関係

X線トポグラフィ法は欠陥構造を知る有用なX線イメージング法である。通常は2次元の投影像で、構造の空間的な位置関係は分からない。最近では3次元化の試みが行われており、BL09Aでもセクショントポグラフィを用いてMgO単結晶内部の欠陥構造を3次

元化することに成功した(図6)。

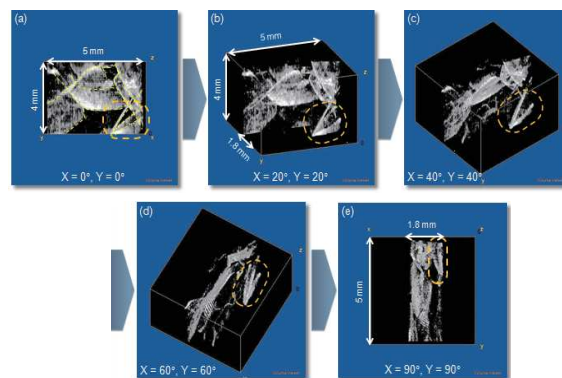


図6 セクショントポグラフィ法によるMgO単結晶内部の立体的な欠陥構造

XAFSスペクトルの測定は広く行われているにもかかわらず、信頼できるデータベースが存在していないといった問題がある。その理由として、試料の調整方法によりスペクトルの形状が変わってしまう、エネルギー軸の校正が難しい、といったことがあげられる。そこでエネルギー校正用の標準試料と同時に測定可能な測定システムをBL11に新たに構築するとともに、種々の作り方で作成した標準試料に対して、XAFSスペクトルの測定と標準的な手順での解析を行い、理想的な標準スペクトルのデータベース化を進めている。本年度は遷移金属元素に対して、金属箔とそれらの酸化物に対するデータベースの構築を行ってきた。結果の一部を図7に示す。これら標準試料に対するXAFSスペクトルのデータベースは施設ホームページを通して順次公開していく予定である。

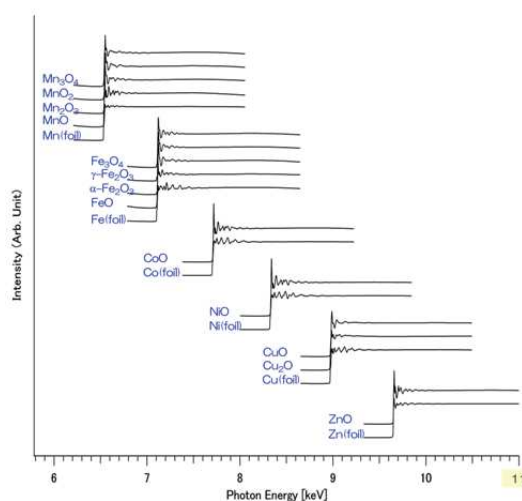


図7 BL11で測定した遷移金属元素の金属箔および酸化物の標準スペクトル

BL10はAPLLE II型の偏光可変アンジュレータを光源とした40 eVから1,000 eV程度までのシンクロトロン放射光の利用が可能な軟X線ビームラインである。アンジュレータを光源とし、また、高分解能な分光器を設置していることから、同様なエネルギー領域のビームラインであるBL12よりも高分解能なスペクトルの取得が期待できる。しかし、ビームラインの立ち上げを急ぐがあまり、立ち上げ当初から高強度のX線をビームラインに導入し続けたため、炭素によるミラーや回折格子の汚染が激しく、特に炭素のK吸収端領域(～285 eV)のスペクトルの取得が困難であった。そこで、SPring-8の協力を得て、オゾンアッシャーによるミラー等の表面汚染の除去を行い、その後、再立ち上げを行った。図8は洗浄前後で得られたポリイミド薄膜の炭素K吸収端領域のX線吸収スペクトルを示したものである。洗浄後は、この領域において期待通りの強度と分解能のスペクトルを得ることができている。

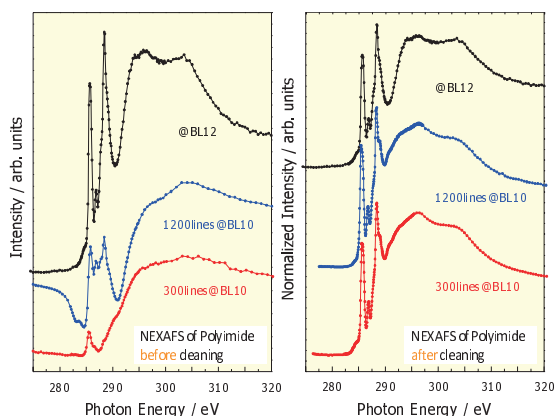


図8 BL10で測定したオゾン洗浄前後で得られたポリイミド薄膜の炭素K吸収端でのX線吸収スペクトル。左図が洗浄前、右図が洗浄後のもの。赤線(刻線密度300本/mm)と青線(1200本/mm)がBL10で取得したスペクトル。比較のためにBL12で得られたスペクトル(黒線)も一緒に示してある。

BL12に設置されたXPS/NEXAFS装置は、XPSスペクトルの他に入射するX線のエネルギーを走査しながら吸収強度を測定することで軟X線領域でのX線吸収スペクトルの測定も可能である。X線吸収スペクトルの測定では通常、X線照射時に試料中を流れる電子を

検出するが、絶縁物の測定ができないなどの問題がある。そこで、図9に示すように全蛍光収量測定検出器を今回新たに導入した。この検出器では、X線照射時に試料から放出される蛍光X線を検出することから、絶縁物試料の測定が可能である。また、蛍光X線は物質中の減衰長が電子に比べて大きいことから、バルク敏感な測定が可能である。また、表面敏感な電子収量法による測定を併用することにより、表面状態とバルク状態の同時測定が可能となった。

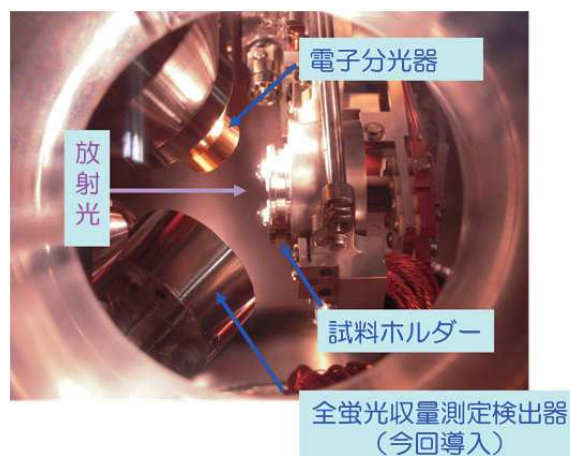


図9 BL12のXPS/NEXAFS装置に新しく導入した全蛍光収量測定検出器。測定チャンバー横のビューポートから内部を撮影。

5. まとめ

ビームライングループでは2014年度を通じ、6本の県有ビームラインの維持管理を行いつつ、県有ビームラインの利用者に対する利用支援を継続的に行った。また、(株)ニコンより寄附を受けたビームラインBL18の利用検討も行った。一方、これら日常業務とは他に、ユーザー利用の利便性を高めるために、測定機器等の導入を新たに図り、装置の立上げや、利用技術の高度化に関する研究開発を引き続き行った。

ビームライングループ
岡島 敏浩