

産業用分析ビームライン（BL-5）を利用したビジネス展開

合同会社シンクロトロンアナリシス LLC 長谷川孝行

産業用分析ビームライン（BL-5）は民間企業の容易な利用を可能にすることで産業振興を図るために兵庫県が設置した分析用ビームラインである。ユーザーとなる企業が合同会社シンクロトロンアナリシス LLC（以下、SALLC）を設置し、自主的に産業利用に適した管理運営を行っており、ユーザー企業はこの SALLC を通して利用を行うとともに測定支援・代行測定などを受けることができる。BL-5 は 50～4000 eV という世界的にも類を見ない幅広い利用エネルギー範囲を持ち、Li からランタノイドの吸収分光が測定できる。本ビームラインを利用することで、産業素材・表面加工・環境分析などの先端分野で技術力の高度化による競争力の増強を見込むことができる。

1. はじめに

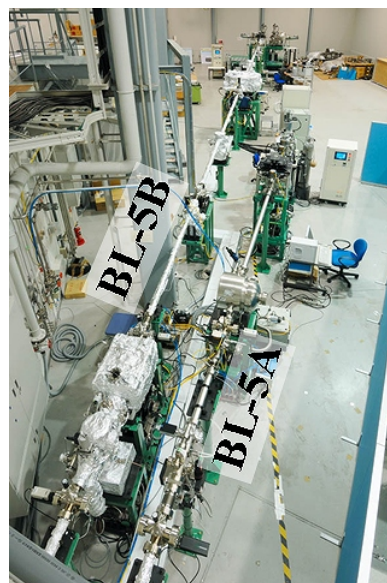
近年のナノテクノロジー産業の急速な発展に伴い、軟 X 線領域での材料分析の需要が急激な高まりを見せている。例えば、ナノテク材料の重要素材である炭素系材料、燃料電池に用いられるリチウム電極、半導体の高性能化に必須の高誘電体材料などは、先端技術材料やデバイスの研究開発・製造企業において軟 X 線領域の分析が重要なキーテクノロジーとなってきた。中でも、物質の化学状態・電子状態を調べることができる X 線吸収微細構造（XAFS）法や物質表面の電子状態を調べることができる光電子分光（XPS）法は、これら先端材料の研究開発に有効かつ魅力あるツールとして産業界から注目を集めている。

このような状況を踏まえて、兵庫県内の分析会社、製造会社等の民間企業が兵庫県立大学の産学連携センターを通して兵庫県立大学附置研究所である高度産業科学技術研究所（以下、高度研）と連絡を取り、高度研が保有するニュースバル放射光施設を活用し産業の振興を図る目的で 2004 年 7 月に「ニュースバル材料分析産業利用検討会」を設立した。同検討会は産業界が必要とするビームラインを建設するため、産業界における放射光のニーズ調査、ビームラインの仕様の要望調査等を行い、調査結果に基づいてビームラインの建設計画案の策定を行った。2005 年 9 月、検討会を「ニュースバル材料分析ビジネス協議会」に改組し、ビームラインの運用方法や光学設計等について詳細に検討を進め、2006 年 2 月に兵庫県に産業用ビームラインの建設についての提言を行った。翌年 2 月、放射光を用いた中小企業の分析・評価技術の高度化を通じて産業の振興を図る目的で産業用分析ビームライン（BL-5）の建設が決定し、BL-5 は 2008 年 3 月に竣工した。同年 6 月に、協議会の活動を基に SALLC を創設し、現在我々は SALLC の常駐スタッフとして高度研のスタッフの協力を得ながら BL-5 の立ち上げを行っている。

ここで、BL-5 のビームライン仕様の紹介と標準物質の吸収分光スペクトルによる現在の性能評価について報告する。さらに、今後のビジネス展望についても述べる。

2. ビームラインの仕様

ニュースパルの BL-5 は産業界からの幅広い分析の要望に応えるために、利用エネルギー範囲を 50~4000 eV とし、Li (K 吸収端 : 55 eV) から Sn (L_3 吸収端 : 3928 eV) およびランタノイドなどの重元素 (M 吸収端) の高エネルギー分解能吸収分光測定を行えるように設計した。広いエネルギー範囲で利用するために、偏向電磁石を光源とし、二結晶分光器ライン (BL-5A) と回折格子分光器ライン (BL-5B) の 2 本のブランチャラインで構成した (Photo.1)。BL-5A と BL-5B は、同時使用が可能である。



2.1 BL-5A

BL-5A はゴロブチェンコ型二結晶分光器に InSb (111) などの結晶を備え、1300-4000 eV のエネルギー範囲をカバーする。取り込み角度は約 7 mrad で、高輝度光の利用が可能である。入射光は前置トロイダルミラーによって集光し、二結晶分光器で分光された光を後置トロイダルミラーで集め、観測点に集光する (Fig.1)。BL-5A では、全電子収量法と SDD (SII 製, Vortex) を用いた蛍光収量法による XAFS 測定が可能である。固体試料のほか、産業界で分析ニーズの多い液体試料も測定できるように、Be 窓を設置し He 置換による大気圧下での測定を行えるようにした。試料ホルダーには最大 25×25 mm の大きさの試料を取り付けることができ、ステッパーモーター駆動で試料の測定位置である X, Y, Z 軸 (ステップ 0.1 mm) および回転角度 θ (ステップ 0.1 deg) を変えることができる。

Photo.1 Photograph of beamline BL-5A and BL-5B.

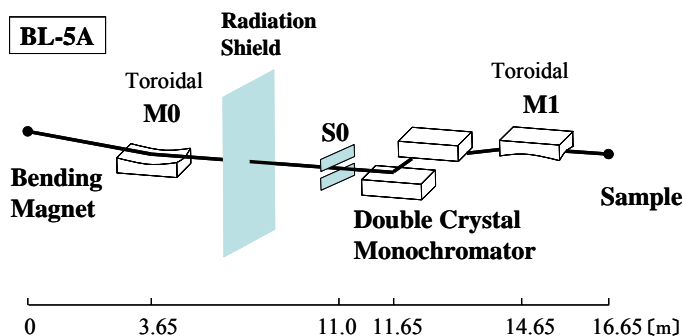


Fig.1 Optical layout of BL-5A.

2.2 BL-5B

BL-5B は前置集光球面鏡と 3 枚の不等間隔刻線平面回折格子 (VLSPG) (株式会社島津製作所製, ラミナー型)を用いた定偏角分光器を備え、50-1300 eV のエネルギー範

囲をカバーする。取り込み角度は約 3 mrad である。入射光は第 1 ミラー (M0 : 縦置き縦集光円筒鏡) と第 2 ミラー (M1 : 横置き横集光円筒鏡) を通り、入射スリット (S1) 上に集光する (Fig.2)。S1 を通った光は前置集光球面鏡 (M2) を通って回折格子で分光し、出射スリット (S2) を通った光が後置鏡 (Mf) で集められ、観測点に集光する。分光器の偏角は 175 度であり、刻線密度の異なる 3 枚の回折格子 (100、300、800 l/mm) を設置した。Fig.3 に、この回折格子を用いたエネルギー分解能を示す。同図より、ほぼ全エネルギー領域で $E/\Delta E$ が 3000 以上の高分解能が達成できることが分かる。エンドステーションには、XAFS 測定用の高真空チャンバーと光電子分光用の超高真空チャンバーの 2 基を設けた。この 2 つのチャンバーの前には差動排気系が設置されており、チャンバーの下の架台をレール上に沿って水平方向に移動させることにより、1 時間程度で 2 つのチャンバーの交換作業ができる。XAFS 測定は全電子収量法と SSD (EDAX) を用いた蛍光収量法による測定が可能である。XPS 測定用のチャンバーには電子アナライザー (VG シエンタ株式会社製, R3000) を設置し、高分解能の光電子分光測定を行うことができる。試料ホルダーは最大 25×25 mm の大きさの試料を 16 個真空中で保持できる仕様にした。測定チャンバー内では BL-5A と同様にステッパーモーター駆動で試料の測定位置である X, Y, Z 軸 (ステップ 0.1 mm) および回転角度 θ (ステップ 0.1 deg) の制御ができ、迅速に測定を行えるようにした。

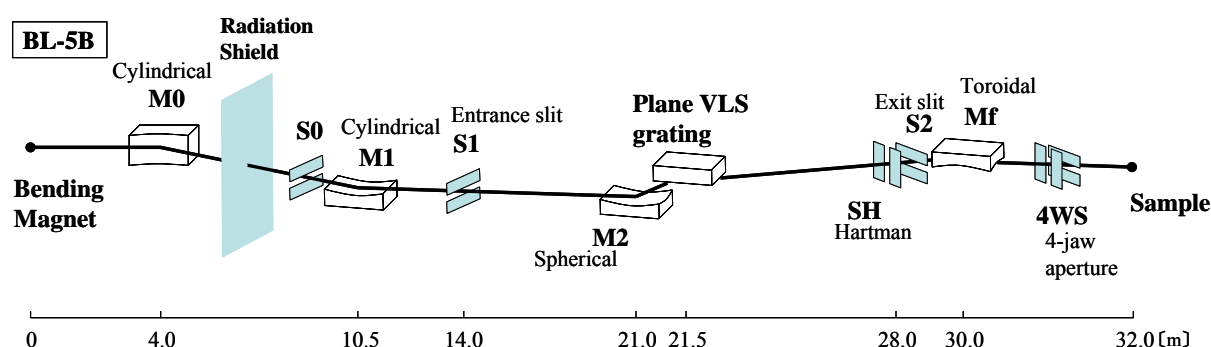


Fig.2 Optical layout of BL-5B.

BL-5B にて全電子収量法で測定した六方晶窒化ホウ素 (h -BN) (水島合金鉄株式会社製, 鱗片状, 純度 98%以上) の B-K 端、フッ化カルシウム (CaF_2) (和光純薬工業株式会社製, 粉末, 純度 98%以上) の Ca-L_{3,2} 端、ニッケル板 (株式会社ニラコ製, 純度 99%以上) の Ni-L_{3,2} 端の吸収端近傍 X 線吸収微細構造 (NEXAFS) スペクトルをそれぞれ Figs.4-6 に示す。 h -BN の NEXAFS スペクトルでは、ホウ素の π^* ピークが 191 eV に見られ、Jiménez らによる報告¹⁾と同じ形状のスペクトルを得た。 CaF_2 の Ca の L_{3,2} 端スペクトルは、Naftel らによって報告されたスペクトル²⁾と比較して遜色のないスペクトルを得た。Ni の L_{3,2} 端スペクトルは、Bearden と Burr らの報告³⁾を参照してエネルギー補正を行い、同文献と同じピーク位置 (L₃ 吸収端 : 853 eV, L₂ 吸収端 :

871 eV) を持つスペクトルを得た。以上より、全ての回折格子（刻線密度：100, 300, 800 l/mm）において標準物質の NEXAFS スペクトルを得ることができた。

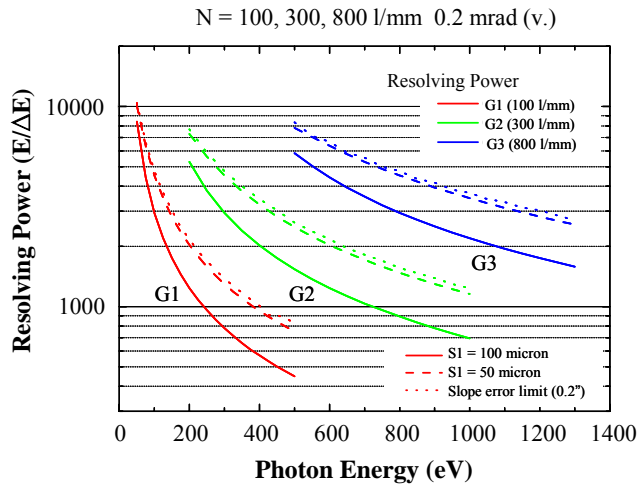


Fig.3 Energy resolution of BL-5B.

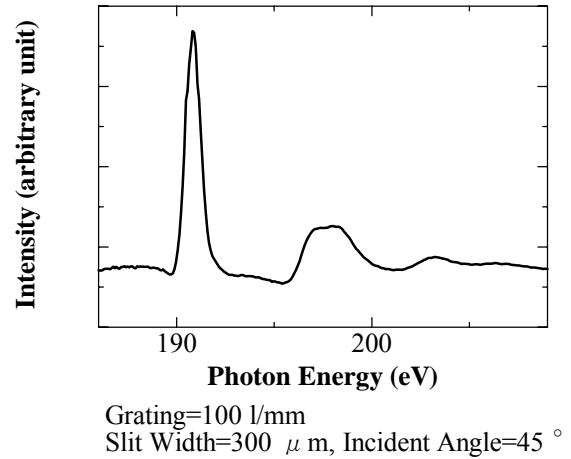


Fig.4 *h*-BN B K-edge NEXAFS spectrum.

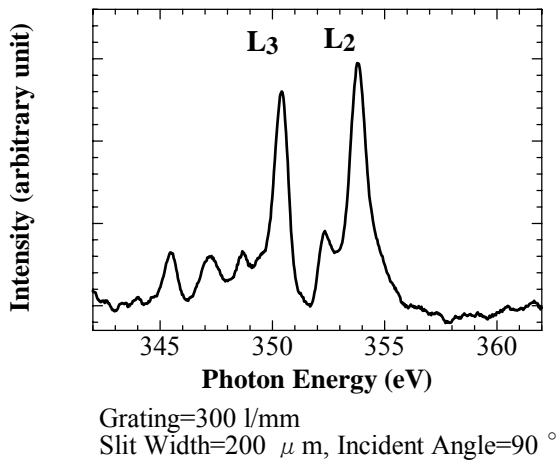


Fig.5 CaF_2 Ca $L_{3,2}$ -edge NEXAFS spectrum.

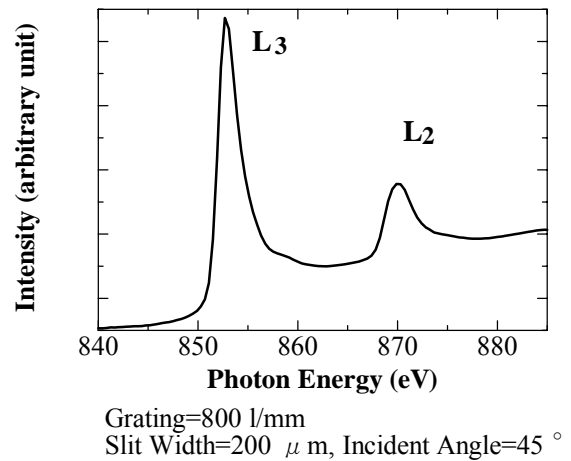


Fig.6 Ni $L_{3,2}$ -edge NEXAFS spectrum.

3. ビームラインの運用

BL-5 の運営・維持は、高度研のスタッフの協力を得て、SALLC の常駐スタッフが行う。SALLC は、ユーザー企業のコンソーシアムであり、産業界が BL-5 を有効に活用するための支援を行っている。ユーザー企業は SALLC の常駐スタッフによる測定支援を受けることができる。BL-5 の利用を希望する企業は、3通りの利用形態（①出資企業もしくは賛助企業へ測定を依頼する、②SALLC に申し込み、代行測定を依頼する、③SALLC の会員企業となり、ビームラインを自社で利用する）から選択し利用することができる。利用に際して SALLC による課題審査はなく、測定データはユ

ーザー企業が占有できる。

4. おわりに

高度研のスタッフの協力を得て BL-5B の全電子収量法 XAFS の立ち上げを行った。標準物質の全電子収量法による XAFS 測定を行い、各回折格子（刻線密度：100, 300, 800 l/mm）を用いて NEXAFS スペクトルが得られることを確認した。さらに、他の標準物質の測定を行い、性能評価を行っていく予定である。今後、BL-5 において産業界からのあらゆる分析に対応できるようにデータの豊富なライブラリの構築を視野に入れながら、世界的にも例を見ない放射光による材料分析ビジネスの確立を目指していきたい。

参考文献

- 1) I.Jiménez, A.F.Jankowski, L.J.Terminello, D.G.J.Sutherland, J.A.Carlisle, G.L.Doll, W.M.Tong, D.K.Shuh, F.J.Himpsel: *Phys. Rev.*, **B55**, 12027 (1997).
- 2) S.J.Naftel, T.K.Sham, Y.M.Yiu, B.W.Yates: *J. Synchrotron Rad.*, **8**, 255 (2001).
- 3) J.A.Bearden and A.F.Burr: *Rev. Mod. Phys.*, **39**, 125 (1967).