

BL37XU (分光分析) の現状 (2014)**Present Status of BL37XU (2014)**

寺田 靖子、新田 清文

Yasuko Terada, Kiyofumi Nitta

(公財) 高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・分光物性 I グループ

Spectroscopy Group I, Research & Utilization Division, JASRI

ビームライン BL37XU (分光分析) は、直線型真空封止アンジュレータを光源としたビームラインであり、顕微分光分析法を主体とする実験に利用されている。2010 年度に実施された「グリーン・ナノ放射光分析評価拠点の整備」により、高品質なナノ集光ビーム形成の実現を目的として、第 3 実験ハッチが新規に建設された。この第 3 実験ハッチには、「ナノビーム X 線蛍光分析装置」が整備され、ビームライン光学系も併せて高度化が行われた^[1,2]。2013 年度においては、広いエネルギー領域 (4.5 ~ 113 keV) と X 線集光素子の組み合わせにより、マイクロ/ナノビームを用いた分光分析手法を利用して、様々な実試料の分析が行われている。本稿では、BL37XU の現在の利用状況と、近年実施した高度化研究開発について報告する。

キーワード：走査型 X 線顕微鏡、蛍光 X 線分析、ビームライン延伸

I. 基本性能と実験装置

(詳細は、

http://www.spring8.or.jp/wkg/BL37XU/instrument/lang/INS-0000000592/instrument_summary_view
を参照)

光源は真空封止アンジュレータである。光学ハッチ内の各コンポーネントは SPring-8 標準型に従って設置されている^[3,4]。2010 年度の整備により、二結晶分光器は、従来のインクラインド配置水冷型から液体窒素冷却を用いた平行平板配置に変更された。これにより、第 2 結晶の切り替えが可能となり、Si 111 - Si 111 結晶ペアと Si 333 - Si 511 結晶ペアにより 4.5 ~ 113 keV までの広いエネルギー領域をカバーできるようになった。分光器下流には 2 枚の水平偏向平面湾曲ミラーが設置され、高調波カットおよび水平集光を行うことが可能である。ミラー表面は Pt と Rh のコートが施されており、計測エネルギー領域によって選択することが可能である。このミラーと二結晶分光器のミラーの間には高精度 4 象限スリットが設置されており、ナノ集光ビーム形成の際に空間フィルターとして利用される。

エネルギー領域	4.5 ~ 37.7 keV (Si 111), 14 ~ 113 keV (Si 333 + Si 511)
エネルギー分解能	$\Delta E/E \sim 2 \times 10^{-4}$ (Si 111), 2×10^{-5} (Si 511)
フラックス	2×10^{13} ph/s (Si 111, E = 10 keV)
ビームサイズ (半値全幅)	2 mm (水平) × 2 mm (垂直) (非集光時)

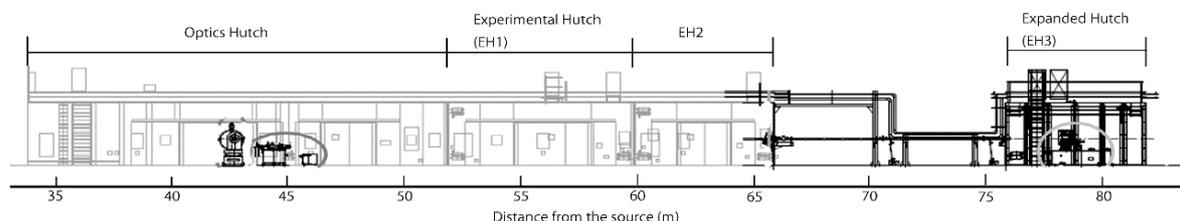


図 1 BL37XU 全体レイアウト

使用できる主な実験装置としては、走査型 X 線顕微鏡などが挙げられる。図 1 に、ビームラインのレイアウトを示す。

II. 利用状況

2013A 期と 2013B 期は、合わせて全 34 課題が実施された。採択率は、2013A 期、2013B 期それぞれ、90%、64%であった。図 2 (a) に、課題種別の割合を示す。一般課題が 80%近くを占めている。長期利用課題として、Michael Zolensky 博士 (NASA) の「Energy scanning X-ray diffraction study of extraterrestrial materials using synchrotron radiation」が実施されている (重点グリーン：重点グリーン/ライフ・イノベーション推進課題、萌芽：萌芽的研究支援課題)。図 2 (b) に、研究分野別の割合を示す。触媒、材料物質、電池、デバイス、地球環境物質、生体・薬学関係、考古学など非常に幅広い研究分野に渡り実験が行われている点に BL37XU の特徴がある。図 2 (c) に測定手法別の割合を示す。走査型顕微 XRF/XAFS 法を主体として、深さ分解 XAFS 法などの顕微分光法や超高感度計測法 (蛍光分解 XAFS 法など) など、アンジュレータ光の高輝度特性を最大限利活用した計測手法を用いて、極希薄・微量・薄膜試料に対する実験が実施されている。

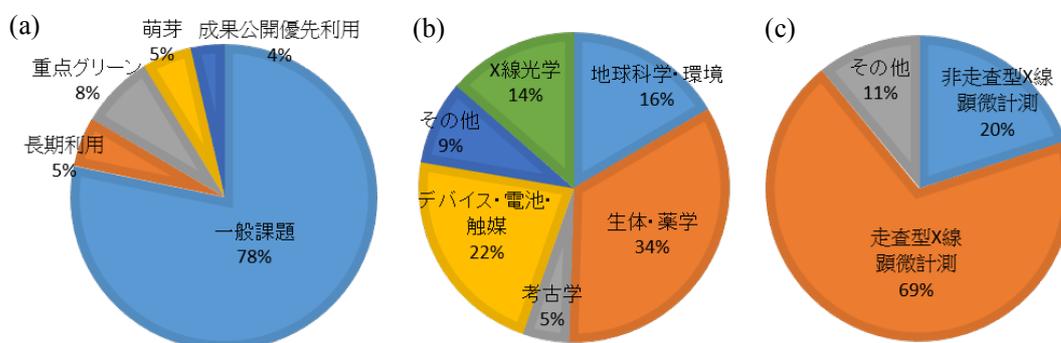


図 2 採択課題に対する (a) 課題種別割合、(b) 研究分野別割合、(c) 測定手法別割合

Ⅲ. 高度化の実施内容と成果

(1) ビームライン延伸によるナノ顕微 X 線分光プローブの実現

2010 年度に新たに増設した第 3 実験ハッチは、ナノ集光ビーム形成のため、X 線光学素子による縮小率を高くすることを目的として、実験ホール内の最下流位置（光源からの距離：約 80 m）に設置されている。集光光学素子としては、安定かつ高効率な XAFS 測定を可能とするために、2 枚の非球面全反射ミラーからなる Kirkpatrick-Baez (KB) ミラーを導入した。既設の第 1 実験ハッチでは、光源からの距離が 50 m 程度しか確保できなかったため、最小 800 nm 程度の集光ビームの利用に留まっていた。第 3 実験ハッチで導入した KB ミラーは、優れたミラー表面加工技術により、100 nm オーダーの集光ビームでありながら高フラックスの X 線が得られるように設計を行った。ミラーは Rh コーティングで、視斜角：3.5 mrad とし、ミラー長をそれぞれ、300 mm と 200 mm にすることにより、入射 X 線に対して、 $1 \times 0.7 \text{ mm}^2$ の有効開口を得ることができ、NA の大きな明るい集光ビームを実現している。利用可能エネルギーは 15 keV 以下である。また、近年の in-situ 計測等のニーズの増加に伴い、種々の試料セルの設置を可能とするために試料周辺部のスペースをできるだけ広く確保する必要があった。そのため、ワーキングディスタンス（集光ミラー下流端から集光点までの距離）として 100 mm を確保できるようにした。この設計の KB ミラーを用いて、第 3 実験ハッチでは、高フラックスモードと高空間分解能モードの二つの実験モードの設定を可能とした。高フラックスモードは、KB ミラーがアンジュレタ光源を直接見込んでおり、ビームサイズ： $300 \text{ (H)} \times 300 \text{ (V)} \text{ nm}^2$ 、フラックス： $6 \times 10^{11} \text{ ph/s}$ (10 keV) を利用可能とした。従来と比べ、ビームサイズが 1/3 になったにも関わらず、フラックスは 1 桁以上高くなっており、蛍光 X 線分析を行うに十分明るいナノビームが実現された。一方、高空間分解能モードでは、二結晶分光器下流の高精度 4 象限スリットを空間フィルターとして用いることにより、ビームサイズ： $100 \text{ (H)} \times 100 \text{ (V)} \text{ nm}^2$ 、フラックス： 10^9 ph/s 以上の集光ビームを利用可能とした（図 3）。今後、ナノビームを用いた走査型顕微 XRF/XAFS 法を用い、従来法よりも高い空間分解能かつ高い精度をもつ元素分布分析や化学状態分布計測が様々な研究対象に対して展開されることが期待される。

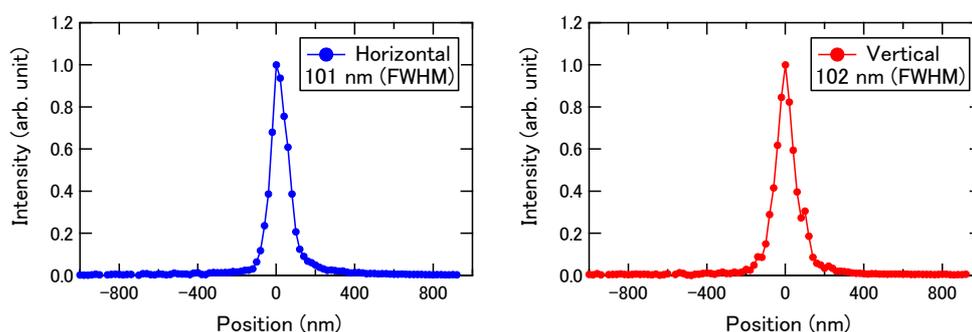


図 3 第 3 実験ハッチ内集光ビームプロファイル（高空間分解能モード）

ビームライン延伸によるもう一つの大きな展開として、透過型 X 線顕微法と結像型 X 線顕微法の高精度・高効率・高分解能化の実現が挙げられる。両者に関しては、現在高度化を進めている段階である。これらと走査型 X 線顕微法を組み合わせることにより、より質の高い情報が得られる X 線ナノ顕微計測の利用が展開されることが期待される。

(2) 広エネルギー領域の顕微 X 線分光計測実現のための高度化

BL37XU は従来、A ブランチの二結晶分光器により 4.5 ~ 37 keV (可変)、B ブランチの単結晶分光器により 75.5 keV (固定) の X 線の利用が可能であった。A ブランチの二結晶分光器の変更に伴い、全実験ハッチにおいて 4.5 ~ 113 keV の広エネルギー領域の X 線をエネルギー可変な条件で安定利用することを目的とし、ビームライン制御・計測システムの構築を進めている。新システムで実測した代表的なエネルギーでのフォトンフラックスは、それぞれ 1.8×10^{13} ph/s (10 keV)、 1.4×10^{12} ph/s (34 keV)、 5.6×10^9 ph/s (100 keV) であった。

第 3 実験ハッチにおいて高エネルギー X 線領域での集光テストを行ったところ、KB ミラーを用いた場合のビームサイズは、 600×320 nm (60 keV、フォトンフラックス : 10^9 ph/s) が実現できている。これにより、高エネルギー蛍光 X 線分析がより柔軟に利用でき、高エネルギー XAFS 計測も可能になった。これは世界的に見ても類を見ない大きな特徴となっており、今後の利用の展開が期待される。

参考文献

- [1] M. Suzuki, Y. Terada, H. Ohashi, *SPring-8 Research Frontiers*, **2011** (2012) 151.
- [2] H. Ohashi, Y. Terada, *et al*, *J. Phys: Conf. Ser.*, **425** (2013) 052018.
- [3] Y. Terada, *et al*, *AIP Conf. Proc.*, **705** (2004) 376.
- [4] Y. Terada, *et al*, *AIP Conf. Proc.*, **1365** (2011) 172.

©JASRI

(Received: November 20, 2014; Accepted: January 16, 2015; Published: February 10, 2015)