

## BL19B2 産業利用

### 1. はじめに

ビームラインBL19B2は、産業界による放射光利用の拡大を主な目的とした共用ビームラインである。産業界の多様なニーズに対応するために実験ハッチ1にXAFS測定装置、蛍光X線分析装置、実験ハッチ2に多軸回折計、大型デバイスカメラ、実験ハッチ3にイメージング装置が設置されている。本稿では、2002年度に導入された設備を中心にビームラインの現状について報告する。

### 2. ビームラインの現状

#### 2-1 XAFS

XAFS装置は実験ハッチ1に設置されている。測定方法は、標準的な透過法と蛍光法が可能である。検出器は、入射X線強度モニター用に17cmのイオンチャンバーを設置し、透過X線強度測定用のイオンチャンバーは、6.5cm、17cm、31cmのものが用意されている。また、蛍光XAFS測定にはLytle検出器、単素子Ge半導体検出器(SSD)、Siドリフト検出器(SSD)が用意されている。2002年12月末から2003年1月末までの間に以下の改造を行った。改造前のシステムは、高さが固定された定盤上に各機器をXZステージに搭載し入射X線位置の変化に対応して自動調整できるように構成されていた。これらの装置は常時固定ではなく、ハッチ切り替えに伴う装置の待避と再調整、測定方法の変更に伴う検出器等の再構築の為の作業が必要である。BL19B2の運用にあたってハッチ切り替えが頻繁に行われるため、装置の入れ替えに伴う調整時間が必要である。また、XAFS測定において多様なユーザーに対応する為に測定方法の変更が頻繁に行われる。今年度は、これらの調整時間を短縮する為にXAFS測定システムの改造を行った。主な改造の項目は、1.自動Zステージ付架台に変更、2.透過法測定用兼真空パス設置用光学ベンチの設置、3.

蛍光法測定X線検出器用架台への自動XZステージの導入、以上の3点である。それぞれの目的は、1.これまで実験ハッチ内スリット、イオンチャンパー等が別々のZステージに搭載され、Z方向の位置調整をそれぞれ別々に行う必要があったが、自動Zステージ付架台を導入することによってこれらを同時に行えるようにする、2.架台の入射X線光軸上に光学ベンチを設置することによって、各種装置の光軸上への設置を容易にする、3.蛍光法測定用検出器の位置調整をこれまで手動で行ってきたが、ハッチ外から微調整を可能にすることによって測定条件の最適化を円滑に行えるようにすることである。これらの改造は、実質的にユーザーが利用できる測定時間を増加することにつながる。SPring-8での産業界における利用促進の拠点である産業利用ビームラインBL19B2の測定装置調整の簡便化は、産業界における今後の放射光利用に貢献することが期待される。図1は、透過法によるXAFS測定装置の写真である。光軸は架台上530mmの位置となるように設計され、各装置はそれに合わせて調整されている。図2は、Lytle検出器による蛍光法XAFS測定装置の写真である。蛍光法ではLytle検出器がよく利用されるためLytle検出器をXZステージ上に常設することにした。透過法からLytle検出器による蛍光法への変更は、Lytle検出器が設置されているステージをレール上で移動することによって容易に行える。

#### 2-2 多軸回折計の現状

BL19B2の多軸回折計は実験ハッチ2の上流側に設置されている。基本的にはアナライザー結晶用2軸ゴニオ付きの4 circleゴニオで、軸(結晶角)、2軸(回折角)がそれぞれ垂直回転と水平回転の2組装備されているHuber製の8軸回折計である。off beamでの立ち上げが開始されたのが2001年4月、on lineでの調整開始が2001年11月、

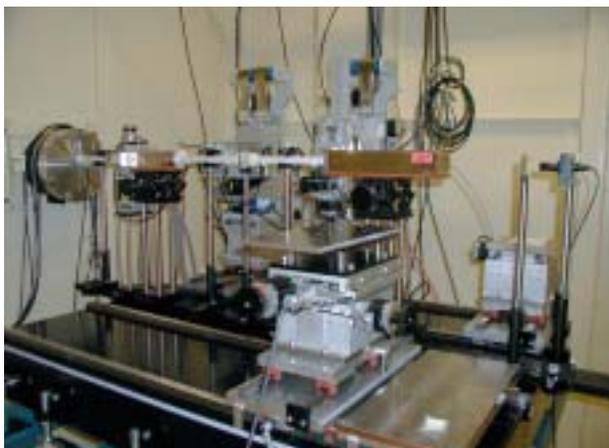


図1 XAFS測定装置(透過法)



図2 XAFS測定装置(蛍光法: Lytle検出器)

2002年4月の時点でほぼ基本的な機能は完成した。この回折計を整備するにあたり想定した対象は主に(1)「残留応力測定」、(2)「微小角入射X線回折による薄膜・表面の構造解析」である。2002年度において上記対象について開発を行った点としては以下のとおりである。

(1) 残留応力測定

この回折計で主にターゲットとしているのは多結晶体の板状試料である。このような試料の回折線を測定する際に気をつけなければならないのは、試料表面の照射領域の制御である。X線回折による残留応力測定法は散乱ベクトルと照射している試料表面の法線とのなす角度(θ)を変えながら、回折ピークを測定し、θを変えたときの回折角のシフトから歪を検出する物である。このθを変える際、当然照射域の形状も変わり、θによっては照射域が試料表面からはみ出すケースも出てくる。このような場合、回折ピークのプロファイルに歪を生じさせる原因となるため、入射X線の形状をスリットで制御する必要がある。試料表面の照射形状を算出するのは単純な幾何学であるが、実際に計算するには煩雑な数式となるため、実験の現場で簡単に算出することは困難である。そのため、回折計の状態(入射スリット、受光スリットの形状、入射角、出射角、θ)のパラメータを入力すると、照射形状を計算することの出来るプログラムを開発した。これは視覚的に捉えられるように、計算結果の照射域の形状を図示することの出来るGUIを備えている。これにより、実験に際し入射スリット、受光スリットの条件を的確に設定し、データの質を上げることが出来るようになった。

また、測定において単にθを変更すると試料に対するX線の侵入深さも変わってしまう。そのため試料内部に応力の分布がある場合、θを変えても侵入深さを変えない工夫が必要となる。この問題に対し我々は、θとφの組み合わせで試料表面に対する入射角と出射角を制御し、θ及びφを変えても侵入深さを一定に保つ手法を開発した。これにより一定に保つ侵入深さを保つことにより深さ方向の応力分布の情報を得ることも可能である。この手法は共同研究者の(株)三菱マテリアルと特許を共同出願した。(特願2002-300355) また同手法についてはこの回折計の制御プログラムとしても対応しており、回折角、θ、φ、侵入深さを設定するためのパラメータを入力すれば自動的に制御できるようになっている。

(2) 微小角入射X線散乱による薄膜・表面の構造解析

この分野において最近我々が注目しているターゲットとして非晶質薄膜がある。非晶質薄膜は近年光記録、半導体デバイス、表面改質コーティングなど様々な分野で機能性薄膜として注目されている。その開発上で欠かせない非晶質構造を解析するための手法としてはXAFSやX線散乱がある。XAFSは周期的構造のない物質でも特定の元素の周

りの局所構造を知ることの出来る有力な手法である。しかしながら吸収過程で励起された光電子の平均自由行程の短さのため、特に非晶質ではせいぜい第1近接までの近距離の構造しかわからない、また膜の成分が軽元素の場合は実験の実行が難しいなどの難点がある。X線散乱は古くから非晶質の構造解析に用いられた手法で上記XAFSの問題点にも対応可能であるが、バルクと違って薄膜の場合、信号強度が弱い、さらには基板からの散乱が圧倒的に大きいため微弱な信号がノイズに埋もれてしまうなどの問題がある。そこで、我々は薄膜試料に対し全反射条件を満たすような微小な入射角でX線を入射することにより基板へのX線の侵入を抑えて薄膜からの散乱信号のみを検出する微小角入射X線散乱法を開発した。図は(株)松下テクノロジー、松下電器産業(株)と共同研究を行った高速相変化記録材料GeSbTe非晶質薄膜の測定時の装置のレイアウト(図3)と測定データ(図4)である。使用したX線のエネルギーは20keV、入射角は0.1度であった。図4で示すように明確なハローパターンを測定することに成功した。我々としては今後、同手法を非晶質薄膜の研究開発の分野で非常に有力なツールとして普及させたいと考えている。



図3 微小角入射X線散乱測定時の多軸回折計のレイアウト

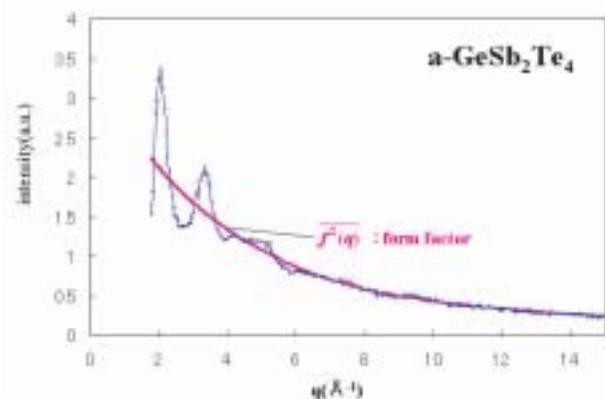


図4 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub>非晶質薄膜のX線散乱プロファイル

### 2-3 大型デバイセラーカメラ

実験ハッチ2に設置された大型デバイセラーカメラはBL02B2と同型のものである。使用可能なエネルギー範囲はSiの111面を用い18keV～30keV(波長約1.5～0.4)である。実験前調整の簡易化のため、シャッターの開閉を圧空方式に変更し上流Huberにあるレール上に取り付けた。また、不要な散乱光を除外するためにHuberの4象限スリットを利用し光の整形を行なうこととした。これらの結果、実験前にHuberのZ軸、Huber4象限スリット、コリメータのX、Z軸、2回折計のX、Z軸、ビームストッパーのX、Z軸の調整を行なう。調整所要時間はミラーの入射角の変更を伴う場合、3時間程度。波長のみの変更の場合2時間弱である。

コリメーターに関しては、220mmの正方形スリット、310mmのロングコリメーターに加え、現在、300mmの新規ロングコリメータを導入した。特徴は上流と中間部にスリットを備え、光の整形はスリットの交換による方法をとった。スリットの種類は、H×W；0.3×3.0，0.5×3.0，0.7×3.0，1.5×5.0，0.3×1.5，0.3×1.5，1.0×1.0(mm)の7種類を揃える。これにより、プレートによる散乱、コリメーター内壁からの散乱を抑えることができる。

### 2-4 イメージング

BL19B2のイメージング装置は実験ハッチ3に設置されている。実験ハッチ3は光源から約110m離れているためX線の平行度が高く、イメージングの分解能も高い。装置の構成は、試料位置調整用のXZ自動ステージ、カメラ位置調整用のXZ自動ステージおよびX線カメラである(図5)。X線カメラは蛍光板、レンズおよびCCDカメラから成っており、その空間分解能は約10μmであり、視野は約5mm×5mmである。

図6は、住友ゴム工業社製のスタッドレスタイヤ中のグラスファイバーが路面に見立てた氷に対してどのような挙動を示すかを観察した画像である。この観察はグラスファイ



図5 イメージング測定装置

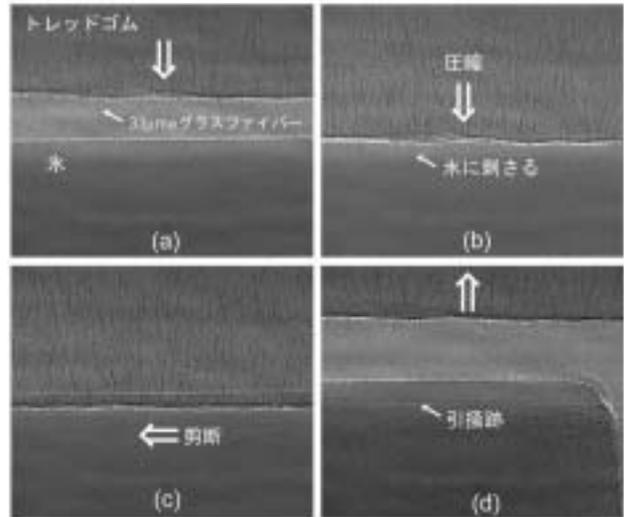


図6 氷との接触におけるスタッドレスタイヤ中のグラスファイバーの挙動観察(屈折コントラスト像、1秒/フレーム、20keV、-5)。 (a)接触前 (b)氷と接触 (c)圧縮および剪断 (d)圧縮および剪断後。

バーと氷の接触、圧縮および剪断の一連の動作をコマ取りで撮影したものであり、住友ゴム工業株式会社のプロモーションビデオにも使用されている。この観察からグラスファイバーが氷に実際に刺さっており、その際のグラスファイバーの変形および破損がないことが分かった。

利用研究促進部門

産業応用・利用支援 グループ

本間 徹生・尾角 英毅

佐藤 真直・北野 彰子

梶原 堅太郎・広沢 一郎

利用研究促進部門

顕微・分析グループ 分析チーム

伊藤 真義