

## BL16XU 産業界ID

### 1. はじめに

産業界専用IDビームライン (BL16XU) は、産業界専用BMビームライン (BL16B2) とともに13企業グループ<sup>[1]</sup>とJASRIからなる産業界専用ビームライン建設利用共同体が管理・運営するビームラインである。1999年10月より各社利用に供されており<sup>[2]</sup>、2003Aの終了で満4年が経過した。

### 2. ビームライン・実験装置の概要<sup>[3]</sup>とこの1年間の改良点

BL16XUの基本仕様は、表1の通りである。実験ハッチの中には、光源の上流から順に、波長分散蛍光X線分析装置 (SSD兼備、全反射測定対応) X線回折装置、マイクロビーム形成装置 (試料走査型X線顕微装置、回折/蛍光/透過測定に対応) が設置されている (ビームラインの配置図はBL16B2の図1に示す)。

X線回折装置は、これまでの試料1軸回転から2002年秋に3軸回転可能に改造し、配向性評価、極点図測定や応力評価などの広範なニーズに対応できるようになった (図1)。また、新たなX線検出器としてシリコンドリフト検出器 (SDD) を導入し、蛍光X線分析装置やマイクロビーム形成装置での高計数率測定が可能になった。SDDはBL16B2の実

表1 BL16XUの基本仕様

光源	真空封止型直線偏光アンジュレータ 周期長40mm、周期数112
光子エネルギー	4.5keV ~ 40keV
単色器	回転傾斜型二結晶 (Si (111))
光子数	~ 10 <sup>13</sup> photons/s
ビーム径	0.9mm(H) x 0.6mm(V)



図1 BL16XUに設置のX線回折装置

験でも用いられている。

### 3. 利用の状況と主な研究成果

ユーザータイムのほぼ9割を各社利用に供しており、1社当たりの利用日数は22日 (BL16XU + BL16B2) と2001年度とほぼ同じ日数を確保した。課題数別の利用テーマは、半導体関連が半分近くと最も多く、次いで電池材料、触媒・素材関連、となっており、この傾向は利用開始当初からほぼ同じである。

BL16XU/B2を用いた実験に関する成果報告会を2001年から始め、昨年9月に第2回目を開催した<sup>[4]</sup>。以下に、その中からBL16XUを利用した研究成果について概説する。

シリコン半導体の高集積化に伴い、極薄、微小領域の評価、また配線や誘電体への新材料適用に対応した評価技術開発が重要である。アンジュレータ光とX線回折装置の組合せで、ダイナミックレンジ12桁のX線反射率測定が実証され、適切な原子配列モデルとの組合せにより1nm未満のシリコン酸化薄膜でも解析が可能になった (図2)。X線マイクロビーム法は、微小領域の結晶配向分布、歪みや応力の計測に極めて有効な技術である。Cuダマシ配線中のCu (111) 配向結晶粒分布とCu配線溝境界部分からのデバイリングを測定の結果、結晶粒は集群していること、配線溝側壁でCu (111) 面が壁面配向する場合のあること等が判明し、Cu配線の通電劣化の機構解明への手掛かりが得られた。また、SR-XRFは広範囲の元素の非破壊・高感度・高精度測定が可能なので、高誘電体 (high-k) 薄膜の分析や薄膜中不純物分析への応用が検討されている。Hf系 high-k膜の分析の結果、酸素について検出下限

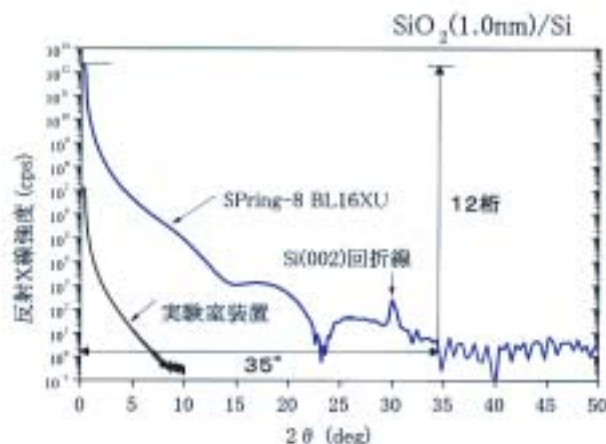


図2 シリコン酸化薄膜のX線反射率カーブ

15ng/cm<sup>2</sup> (HfO<sub>2</sub>膜厚換算で0.1nm) が得られ、更に高精度の定量分析法の検討が行われている。

化合物半導体の分野では、青色レーザダイオード材料として有望なGaNに関し、X線回折装置を用いて選択横方向成長を用いたHVPE-GaN基板の評価が行われ、厚さ方向に20μmの分解能での結晶性評価により、歪みや欠陥の少ないGaN基板を得るための成長条件を得る指針が得られた。

素材の分野では、原子力発電所の主要な部位で使用されているMA600 (Ni, Cr, Fe合金) に関し、溶存水素濃度 (DH) の違いによる合金表面の酸化被膜の結晶構造変化が、X線回折 (入射角1~0.1°) により調べられた。DHにより材料の応力腐食割れ感受性が異なり、DH=1 ppmでクラック成長速度が最大となることが知られているが、DH=1 ppmを挟んで酸化皮膜がNiOからスピネル酸化物に変化することがわかり、酸化皮膜構造と応力腐食割れ感受性の間に相関が見出された。マイクロビームを用いた素材や電池材料の研究も行われており、Li二次電池正極材料である。

LiNi<sub>0.8</sub>Co<sub>0.2</sub>O<sub>2</sub>において、サイクル試験による劣化は、粒子の大きさ、表面か内部かによらず一様に劣化していることがμ-XAFS実験から明らかになった。また、Al添加削金型鋼を切削したバイト最先端部のμ-XRD評価から、切削時に鋼中のAlは溶融してAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>となり、その際の潜熱の効果で冷却効果を発揮するというメカニズムが推定できるようになった。

産業用専用ビームラインは、放射光の利用により、従来不可能であった分析・解析を可能とし、製品開発のスピードアップを図ることを狙いとしている。僅かずつではあるが、その狙いを実現する方向に進んでいると言える。

#### 参考文献

- [1] 神戸製鋼所、三洋電機、住友電気工業、ソニー、電力グループ (関西電力、電力中央研究所) 東芝、豊田中央研究所、日本電気、日立製作所、富士通研究所、富士電機総合研究所、松下電器産業、三菱電機 (50音順)。
- [2] 平井康晴他：SPring-8利用者情報 4 (1999) 16；久保佳美：ibid. 6 (2001) 103。
- [3] 平井康晴他：第13回日本放射光学会年会 (2000/1/8, 岡崎) で報告；N. Awaji et al. : Jpn. J. Appl. Phys. 39 (2000) L1252。
- [4] 広瀬美治：SPring-8利用者情報, 7 (2002) 377。

三菱電機株式会社先端技術総合研究所  
上原 康