

BL16B2 産業界BM

1. はじめに

産業界専用BMビームライン (BL16B2) は、産業界専用IDビームライン (BL16XU) とともに13企業グループ^[1]とJASRIからなる産業用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^[2]、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^[3]とこの1年間の改良点

BL16B2の基本仕様は、表1の通りである。実験ハッチ内には大型定盤が設置され、その上に3台のゴニオメータを配備し、XAFS測定、X線トポグラフィや反射率測定などの精密X線光学実験を行うことができる(図1)。各ゴニオメータは実験に応じて独立に上下および水平に移動することが可能なように当初から設計されていたが、2003年春に定盤上可動テーブルの改造を実施し、更に広範な実験に対応できるようになった。

一方、極薄膜のXAFS測定ニーズに対応するため、新たなX線検出器として、2002年春に転換電子収量検出器を導入し、数回の試用実験を行ってその有効性を確認した^[4]。

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^[5]。以下に、その中からBL16B2を利用した研究成果について概説する。

本ビームラインでは、XAFS実験がビームタイムの90%近くを占めている。次世代リチウム二次電池の開発のために、非晶質のSn系負極材料 (Sn + Co20wt%、厚さ2 μ m) に関し、充放電サイクルによる構造変化が、Lytle検出器を用いた蛍光XAFS解析により調べられた。メッキ成膜された充放電サイクル前の時点でSnとCoが均一ではないこと、充放電サイクルが進むにつれてSnの周辺からCoが減少することが明らかとなり、耐久性向上のための指針が得られた。光ファイバ材料では、Geを高濃度ドーブした光ファイバ中のGeの局所構造およびそのGe濃度依存性 (3~48モル%) が透過XAFS解析により調べられた。光ファイバの中でGeは、Ge-O四面体がひずんだ構造で存在すること、Ge濃度が増えると吸収端が高エネルギー側にシフトするが、最近接のGe-O距離はGe濃度に依存せず一定であることなどが見出された。光ファイバの伝送損失低下を目指して、更なる研究が続けられている。また、ナノメタルプロジェクトの一環で、鋼中ナノスケールの析出物 (ナノ

表1 BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
光子エネルギー	4.5keV ~ 60keV
単色器	可変傾斜型二結晶 (S(111), S(311))
光子数	~ 10 ¹⁰ photons/s
ビーム径	5~60mm (H) x 2mm (V)

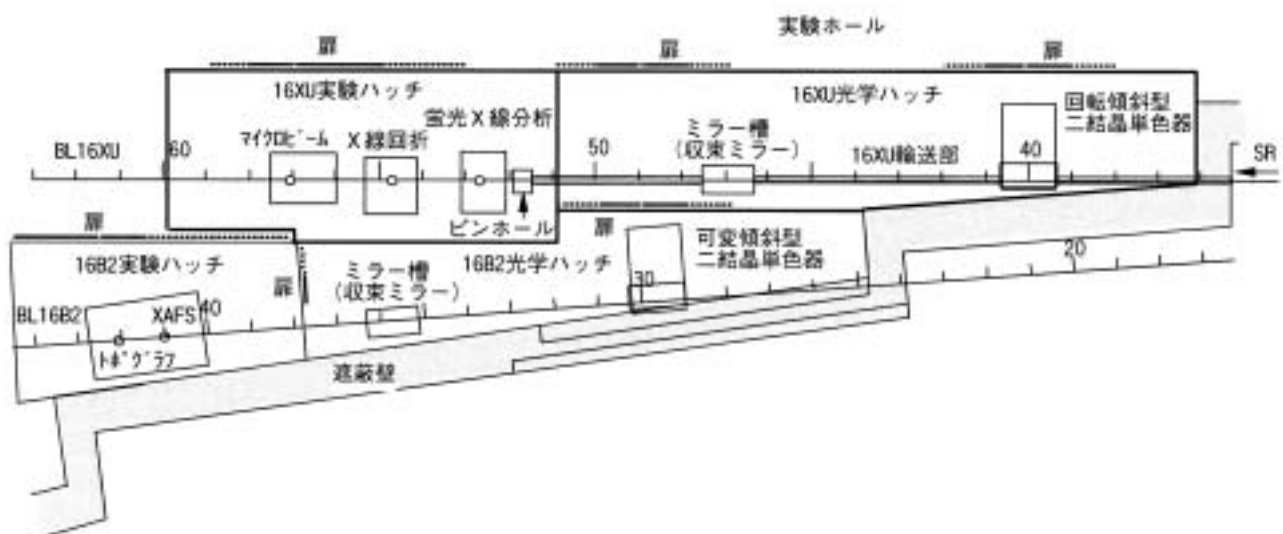


図1 BL16XU、BL16B2の光学ハッチ/実験装置配置図

クラスター)の構造解析にin-situ高温XAFSが用いられた。Fe-0.3%C-2.0% Cu-0.5% Mo-0.5% V-0.5% Ti-0.5%Nb中の各微量添加元素が、加熱処理中に固溶～析出～再固溶へと状態変化する様子が明らかになった。特にCuは、室温で特異的にfcc構造をとることが推定された。

X線反射率実験も年間利用時間の数～10%の範囲で行われている。光学デバイスに重要な反射率制御膜に関し、SiO_x膜の製法による膜質の違いがX線反射率法により調べられた。ECRスパッタ法で作製したSiO_x膜は蒸着膜に比べ密度が高く、より滑らかな界面を有することが明らかになり、X線回折やXAFSを用いることができない薄膜のキャラクタリゼーションにX線反射率法が有効であることがわかった。

BL16XU/B2では共同体構成各社の個別利用を基本としているが、新規装置の立上げや装置の改良は共同作業で行われている。BL16B2を用いたX線トポグラフ実験技術について検討の結果、次世代の高周波/高耐圧デバイス用材料として有望なSiC単結晶の評価などに有効であることがわかった^[6]。図2に示すように、ウェハ全体のマクロな反りを反映して水平方向の細い帯状の像が中央付近に見られる他、ウェハ周縁部に歪んだ同心円状の像分布も認められる。このように、共同体構成各社の開発課題を解決する新しい試みも成功しつつある。

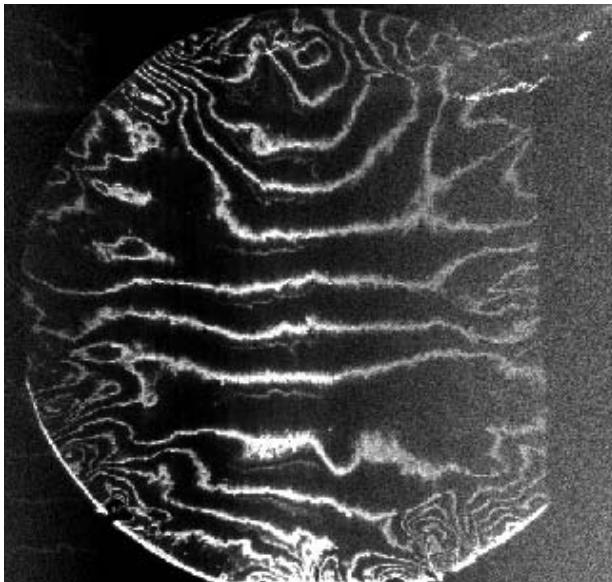


図2 6H-SiC(10-1 10) 反射多重露光X線トポグラフ

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] 泉弘一他：SPring-8利用者情報 4(1999)20；久保佳美：ibid. 6(2001)103。

- [3] 第13回日本放射光学会年会(2000/1/8, 岡崎)で報告。
[4] 野中敬正他：第16回日本放射光学会年会 10P11(2003/1/10、姫路)。
[5] 広瀬美治：SPring-8利用者情報, 7(2002)377。
[6] 上村重明他：第16回日本放射光学会年会 10P37(2003/1/10、姫路)。

三菱電機株式会社先端技術総合研究所
上原 康