

# BL16XU

## 産業用専用ビームライン建設利用共同体 (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り、1999年10月より各社利用に供されている<sup>[2]</sup>。2003年6月の専用ビームラインとしての中間評価では、利用状況や研究成果が評価され、「継続」が認められた。

### 2. ビームライン・実験装置の概要<sup>[3]</sup>

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 (EDXとしてSSD、SDDを装備、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 (図1)。

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>12</sup> photons/s
ビーム径	0.9mm(H) x 0.6mm(V)

### 3. 利用の状況

ユーザータイムのほぼ8割を各社利用に供しており、1社当たりの利用日数は10日と2002年度とほぼ同じ日数を確保した。装置別の利用割合 (図2) は、X線回折が6割以上を占め、蛍光X線、マイクロビームの順となっている。利用テーマの割合は図3に示すように半導体が6割であり、記録・表示デバイス、電池、触媒・燃料電池、素材関連がそれぞれ1割程度となっている。

### 4. 主な研究成果

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3回目を開催した<sup>[4]</sup>。発表内容を英文表記として国外にも紹介した。また、SPRING-8利用推進協議会研究開発委員会の支援によりLucent Technologies社のDr. Isaacsを招聘し、APSでのマイクロビームを利用した強誘電体のドメイン観察などに関する講演が行われた。さらに、共同体の発案により、2004年春の応用物理学学会において「新材料・デバイス開発における高輝度放射光の役割」と題するシンポジウムを開催するなどの活動を行ってきた<sup>[5]</sup>。以下に、BL16XUを利用した研究成果について概説する。

次世代半導体の分野において、電気特性に影響が大きいゲート絶縁膜界面の原子1層の歪を、表面回折X線を用い

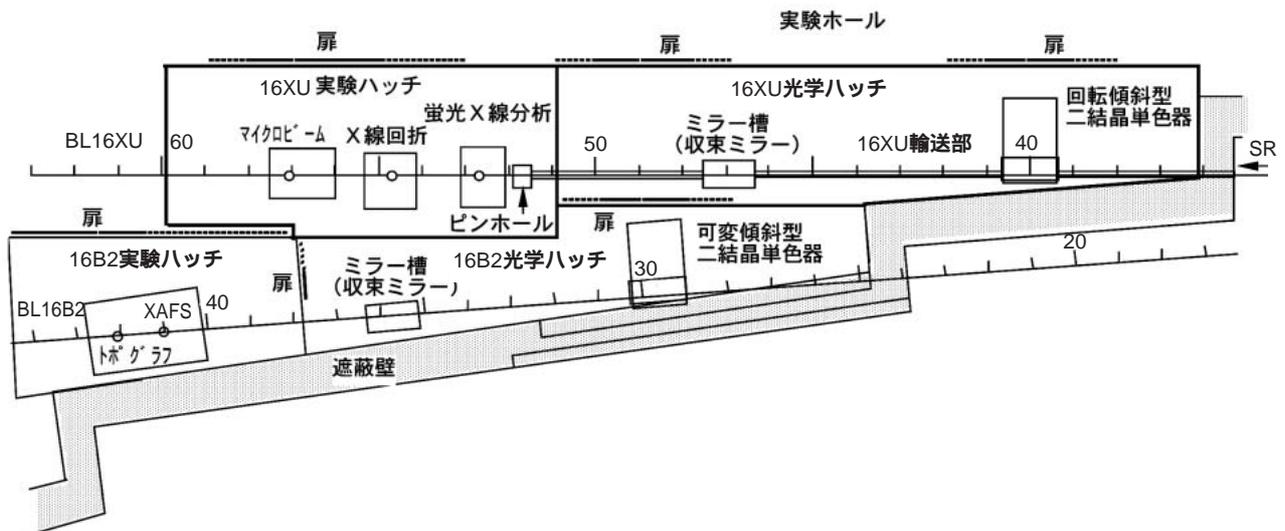


図1 BL16XU、BL16B2の光学ハッチ / 実験装置配置図

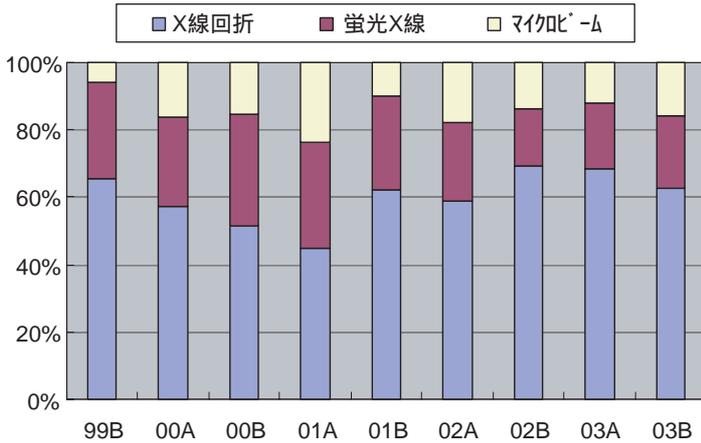


図2 装置毎の利用割合 (BL16XU)

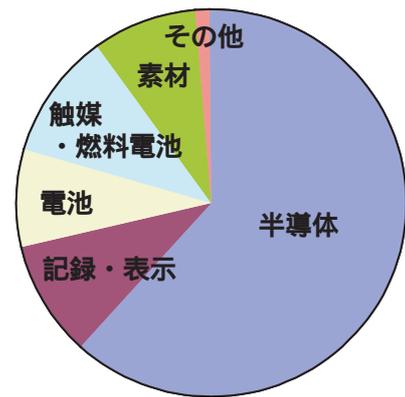


図3 利用テーマの割合 (BL16XU)

てSi格子サイズの1/1000の高精度で測定する技術を新しく開発した<sup>[6]</sup>。この技術により、線幅90nm以下のトランジスタの開発期間が短縮できる。X線反射率を含めた、これらのゲート膜評価技術開発により、富士通の淡路氏が他の2受賞者とともに初のひょうごSPring-8賞を受賞した<sup>[7]</sup>。

また、Si基板上にエピタキシャル成長したSiGe膜についてX線回折装置により格子定数の詳細測定を行った<sup>[8]</sup>。膜厚が薄くなるに従い半値幅が広がるが、膜厚50nmまではピーク位置を1/100度の精度で決定することができた。Ge濃度依存性を調べたところ、Ge濃度が高くなるにつれてピーク位置が低角に移ることからSiGe膜が歪んだ状態にあることを明らかにすることができた。SiGe膜はLSIの高速化にともない注目されおり、そのエピタキシャル成長に有用なデータを得ることができた。

パワー半導体においては表面に溝(トレンチ)構造を持たせることによって高集積化が進んでいる。このトレンチ構造に対して各部分の歪みを高感度に測定する技術を開発した<sup>[9]</sup>。入射ビームを縮小するのではなく、試料で回折されたX線の像をフレネルゾーンプレートで拡大することによって空間分解能1μm以下で歪の検出感度10<sup>-6</sup>が得られている。これはSPring-8アンジュレータ光源からの高輝度X線によりはじめて可能になった。

記録分野では、GMRヘッドの高感度化と密接に結びついているヘッド磁性層の結晶粒サイズと歪について、面内X線回折法により解析した<sup>[10]</sup>。ヘッドを構成する積層多層膜は、下地層の上に反強磁性層(MnPt)、強磁性固定層(CoFe)、非磁性層(Cu)、強磁性自由層(CoFe)、キャップ層の順に積層し、途中に結晶粒サイズを制御するための酸化層をはさんである。斜入射角を変えることにより、表面からのX線侵入深さを変化させつつ、fcc(220)と(440)反射を測定し、Hall法により結晶粒サイズと歪量を求めた。図4の測定結果に示すように、この方法によって深さ方向の結晶粒サイズと歪量を解析することが可能とな

った。これによりGMRヘッドの高感度化が期待できる。

電池の分野では、Ni-MH型二次電池正極材料のマイクロX線回折およびXAFS実験を行った<sup>[11]</sup>。BL16XUの特長の一つであるマイクロビーム形成装置を用い、直径10~20μmの正極粒子の充放電による結晶構造変化およびNiの状態変化をその表面と内部にわけて明らかにすることができた。

触媒の分野では、アルミナ担体上に分散したPt微粒子のサイズ分布をX線小角散乱により決定する試みがなされた<sup>[12]</sup>。Pt濃度が低くて従来測定できなかった実試料についても貴金属微粒子の粒系分布を得ることができた。

また、各種触媒材料や化石燃料や燃焼灰のXAFS分析では、共同体で開発した高分解能の波長分散型蛍光X線検出器を活用することにより、これまで不可能とされていた極微量な金属元素の化学形態の特定や機能解明に成功している<sup>[13]</sup>。

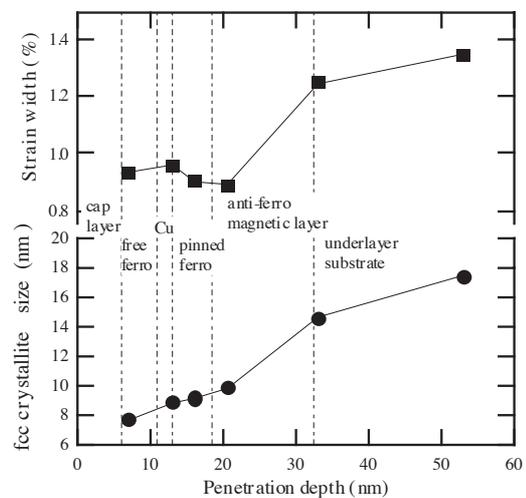


図4 X線侵入深さと結晶粒サイズ・歪量の関係

## 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、富士電機アドバンステクノロジー、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** 4 (1999) 16；久保佳実：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.；Y. Hirai et al.: Nucl. Instr. and Meth. A **521** (2004) 538.
- [ 4 ] 上原康：SPring-8利用者情報 **8** 6 (2003) 416.
- [ 5 ] 第51回春季応用物理学関係連合講演会 講演予稿集 No.0 (2004) 47.
- [ 6 ] 日刊工業新聞、2003年8月27日 第1面.
- [ 7 ] 神戸新聞、2003年10月27日.
- [ 8 ] J. Nishino et al. : SPing-8 User Experiment Report No.11 (2003A) 302.
- [ 9 ] 日刊工業新聞、2003年8月29日.
- [ 10 ] K.Ueda, T.Hirano and Y.Hirai : SPing-8 User Experiment Report No.11 (2003A) 310.
- [ 11 ] Y. Seno et al. : SPing-8 User Experiment Report No. 11 (2003A) 312.；Y. Seno et al. : SPing-8 User Experiment Report No. 12 (2003B) 277.
- [ 12 ] K. Dohmae et al. : SPing-8 User Experiment Report No. 11 (2003A) 304；K. Dohmae et al. : SPing-8 User Experiment Report No. 12 (2003B) 276.
- [ 13 ] H.Akiho et al. : Air Quality IV Conference, Arlington, VA, September (2003) 22.

富士電機アドバンステクノロジー(株)  
松山 秀昭