

# BL16XU (サンビームID) 産業用専用ビームライン建設利用共同体

## 1. はじめに

BL16XU (サンビームID) は、BL16B2 (サンビームBM) とともに13企業グループ [脚注1] 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<sup>[1]</sup>、2008Aの終了で満9年が経過した。

## 2. ビームライン・実験装置の概要<sup>[2]</sup>

BL16XUの基本仕様は、表1のとおりである。実験ハッチの中には、光源の上流から順に蛍光X線分析装置 (検出系として波長分散系 (WDS) とエネルギー分散系 (SDD) を装備)、X線回折装置、マイクロビーム形成装置 (走査型X線顕微装置、回折/蛍光X線分析/XAFS/XMCDに

対応) が設置されている。また、円偏光X線生成のためのダイヤモンド位相子が輸送部に設置されている (図1)。

## 3. 利用の状況

BL16ではユーザータイムを各社均等に配分している。2007年度は、ユーザータイムの73%を各社利用に供することが出来た。これは、前年度の80%に比べ少ないが、設備更新の調整作業を行ったためである。各社の利用時間はBL16XUとBL16B2を合わせて約23日/年となっている。前年度の約20日に比較し、むしろ多かった。総運転時間が2006年度8150時間から2007年度9600時間と増加した賜物であり、感謝したい。

装置別の利用割合は、図2に示すとおり、全体としてX線回折の利用が多い。利用分野については、図3に示すように、利用開始当初は半導体分野での利用が主流を占めていたが、最近は半導体、電池、素材、触媒など多岐に渡るようになり、分野的には均等化が進んでいることが伺える。

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	液体窒素冷却二結晶 (Si (111))
光子数	~10 <sup>12</sup> photons/sec (μビーム ~10 <sup>10</sup> )
ビーム径	1 mm (H) × 1mm (V) 以下 (μビーム 1μm (H) × 1μm (V) 以下)

## 4. 主な研究成果

共同体では、JASRIへの共同体の成果報告、共同体各社相互の成果発表という趣旨で2001年からBL16XU/B2成果報告会 (サンビーム研究発表会) を開催している。2004年

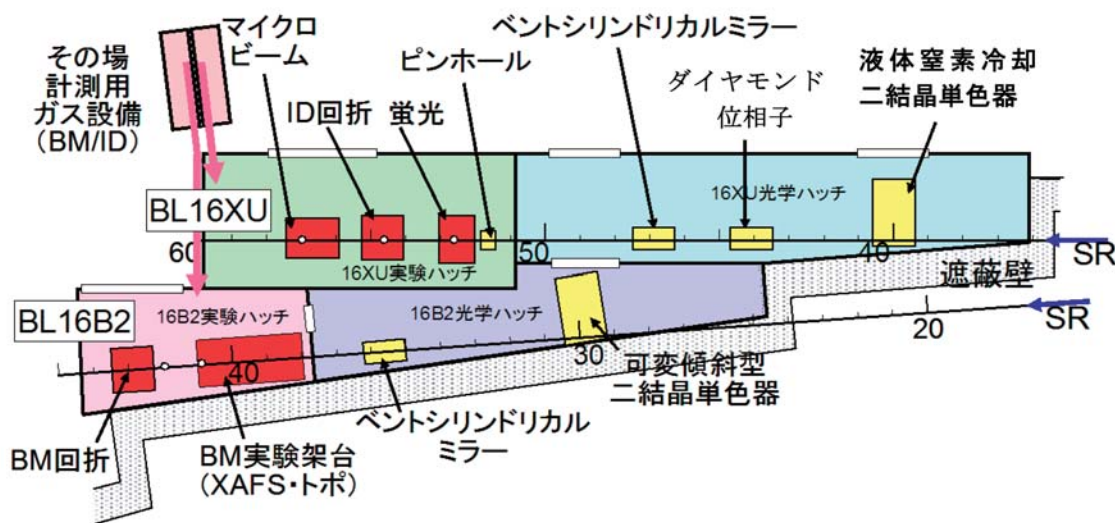


図1 BL16XU、BL16B2の光学ハッチ/実験ハッチ配置図 (2008年10月現在)

[注1] 川崎重工業、神戸製鋼所、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、日亜化学工業、日本電気、パナソニック、日立製作所、富士通研究所、三菱電機 (2008年10月現在、50音順)。

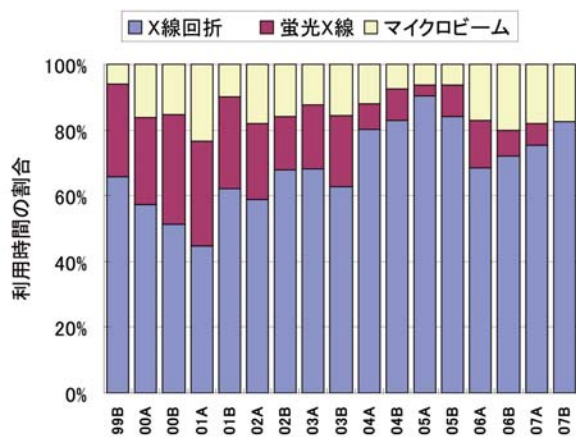


図2 装置の利用割合 (BL16XU)

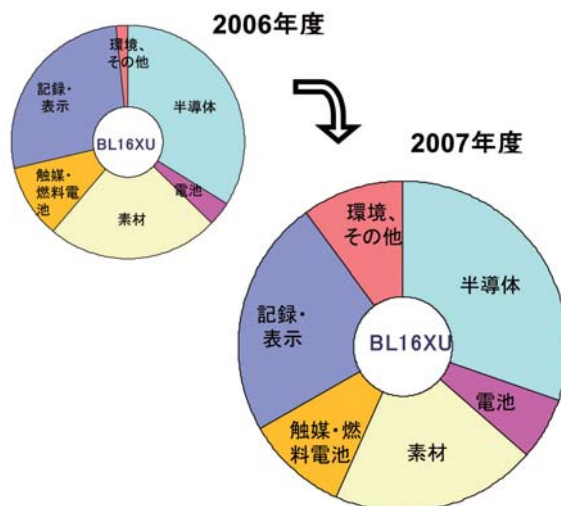


図3 利用分野の割合 (BL16XU)

からはJASRI (産業利用推進室)、(財)ひょうご科学技術協会が共催として加わることにより、SPring-8産業利用のほとんどすべての成果が報告される「SPring-8産業利用報告会」として開催されるようになった。2007年はサンビームとしては通算7回目の、産業利用報告会としては通算4回目の報告会を9月11日～12日に初めて東京で開催し、240名程度の参加者を迎え、盛況裏に終了した<sup>[3, 4]</sup>。表2に各社の発表タイトルを示す。

### 5. 設置契約期限への対応

BL16XUおよびBL16B2は、2008年8月に10年間の設置契約期限を迎える事となっていた。遡る2004年度から、契約満了以降の対応を議論した結果、13社共同で専用ビームラインを保有することは、ビームタイムを確保でき計画的な実験が可能であることや、参加各社は1/13の設備投資で実験に必要な機器や環境を整備することができるなどメリ

表2 第7回サンビーム研究発表会の発表一覧

分野	発表課題名	発表企業名
半導体	アニール処理したGaInN量子井戸のXAFS解析	ソニー (株)
	XAFSによるランタンアルミネート膜の構造解析	(株) 東芝
	X線トポグラフィ法によるLSIパッケージ内部の応力評価	(株) 富士通研究所
	Ni薄膜のマイクロ蛍光XAFS分析	パナソニック (株)
	L特性X線を用いた第6周期元素化合物の状態分析法の検討	三菱電機 (株)
	X線反射率測定によるラジカル酸化SiO <sub>2</sub> 膜の密度評価	三菱電機 (株)
電池	低温作動固体酸化物形燃料電池実用サイズセルの歪み評価	関西電力 (株)
	リチウムイオン電池正極材料のXAFS解析	(株) 豊田中央研究所
	リチウムイオン二次電池正極材料の構造解析	日亜化学工業 (株)
	時分割 in situ X線回折による燃料電池触媒の表面構造解析	日本電気 (株)
情報	in situ XRDおよびXAFSによるPd微粒子水素吸蔵過程の直接観測	日本電気 (株)
	斜入射X線回折法によるガスクラスタイオンビーム加工の表面損傷の評価	(株) 日立製作所
環境	放射光を利用した微量元素の分析技術	(財) 電力中央研究所
素材	高エネルギーX線を用いた残留γ測定	(株) 神戸製鋼所
	Fe人工さび初期生成過程のその場観察実験	(株) 神戸製鋼所
	溶融塩浴からのタングステン電析技術とXAFSを利用した浴分析	住友電気工業 (株)
	希土類添加SiO <sub>2</sub> ガラスファイバの構造解析	住友電気工業 (株)
共通技術	BL16B2におけるイメージングXAFSの試み	(株) 日立製作所
	X線3Dトポグラフィ用特殊スリット (V-slit) の評価	富士電機アドバンステクノロジー (株)

ットが大きいと考え、2本の専用ビームラインを継続維持することで合意した。このため、共同体はJASRIに再契約を申し入れ、審査を受けた結果、これまでの実績が高く評価され、さらに10年間利用を継続できることになった。それを受け、2008年8月に契約を更新した。

### 6. 設備更新計画の立案と実施

共同体では再契約を行うことを機に各社から新たな資金(総計約3億1700万円)を調達しBL16XUおよびBL16B2に対し大幅な設備更新を行うこととした。BL16XUでは単色器を水冷から液体窒素冷却に改造しビームの高輝度化を図った。X線回折装置については4軸回折計から8軸回折計に更新し、蛍光X線分析装置については主として試料まわりの改造を行った。これらにより、より自由度の高い測定を実用サイズ大型試料にも適用可能となった。マイクロビーム形成装置では回折・蛍光といった利用面での機能を充実させるとともにFZPの導入を行い、サブマイクロビームの汎用利用を目指す。その場計測用ガス設備を拡充し、BL16XU実験ハッチにも反応ガスを供給することでアンジュレータ光を用いたin situ分析を可能とした。更新はいずれも2007年度に開始し、再契約後の10年を新しい設備を用いて実験を開始している。BL16B2の更新内容については次節BL16B2に記す。

以下にBL16XUの更新内容について紹介する。

#### 1) ID単色器の液体窒素冷却化<sup>[5]</sup>

サンビームIDでは、光源の高強度化、安定化を目的として単色器の冷却方式を水冷から液体窒素冷却に変更した。液体窒素の冷却方式としては、循環冷却方式を採用し、主要スペックはSPring-8の他の液体窒素冷却ビームラインと同等の仕様とした。単色器改造の前後に光の性能調査を行い、水冷と液体窒素冷却でのビーム形状、強度、コヒーレンス等の比較を実施した。ビーム強度を表3に、ビーム形状を図4に示す。液体窒素冷却化することによりX線強度が増大し、ビームサイズが小さくなっていることがわかる。これは結晶の熱ひずみが減少した効果であると考えている。これらの効果により、測定時間の短縮、マイクロビーム装置でのビーム強度の一桁向上を実現した。

表3 BL16XUのX線強度 (17cmイオンチャンバー、N<sub>2</sub> flow)

単色器角度 (degree)	X線強度 ( $\times 10^{12}$ photons/sec)	
	水冷	液体窒素
5	2.3	3.7
10	8.7	10.0
15	5.9	8.3

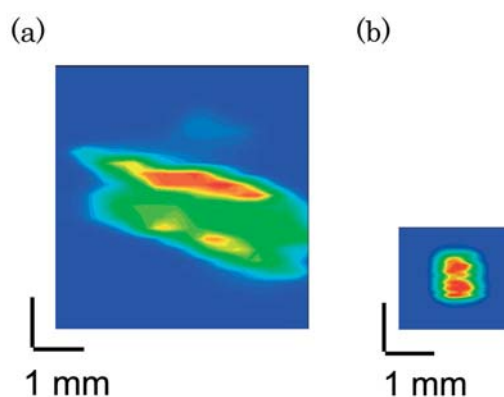


図4 BL16XUのビーム形状比較 (Si(111)、 $\theta=10\text{deg.}$ )  
(a) 水冷、(b) 液体窒素冷却。

#### 2) 蛍光X線装置改造<sup>[6]</sup>

BL16XUの蛍光X線装置は、波長分散型(WDX)検出システムを装備したユニークな装置である。半導体基板シリコンウェハの表面極微量汚染分析を主目的として1999年に設置され、2000年にはBL40XUの準単色超高輝度光を活用して世界最高感度を達成した。その後アンジュレータビームラインXAFS測定制御が可能になったことにより、最近では高分解能XAFS測定ツールとしても活用されている。

今回従来の機能を維持しつつ、今まで不十分であった微小部分分析機能を改良した。試料駆動機構を改良するとともに、高性能半導体検出器(SDD)と長焦点顕微鏡(カメラ)を追加し二次元マップ測定機能を付加することにより、元素・結合状態の微小部分分析装置として稼動を開始した。また従来の高エネルギー分解能という特長を維持しつつ、上流単色器の改良(液体窒素冷却)によるビーム中心強度の向上と試料~検出器配置の変更により、高感度化も実現した。

本装置でWDX検出システムを使用した場合、視斜角1.5度入射、100秒測定でシリコン中ヒ素の検出下限として濃度8ppb、全反射条件では検出下限絶対量として1.2pg ( $1.2 \times 10^{-12}\text{g}$ )を確認できた。図5は入射光を10 $\mu\text{m}$ □ス

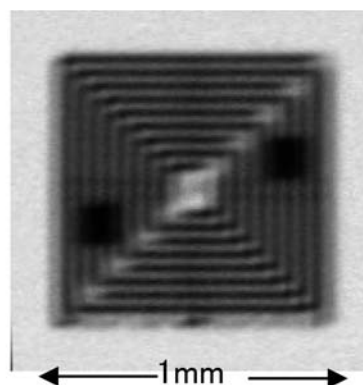


図5 25 $\mu\text{m}$  Line/25 $\mu\text{m}$  SpaceパターンのCr元素マップ

リットで成形し、SDD検出器を使って、25 $\mu\text{m}$  Line/25 $\mu\text{m}$  Spaceの顕微鏡用標準パターンの元素 (Cr) マップを測定した例で、10ミクロンレベルの微小部評価が可能であることを示している。

### 3) ID 8 軸回折計の導入と性能評価<sup>7)</sup>

今回のBL16XU回折装置の更新において、「高度の放射光測定を市販装置の使い易さで」を目標にした。そのため(1)高精度・高自由度の実験を可能とする大型8軸回折計を導入、(2)測定の迅速化のため、計測・制御一体型コントローラおよびYAP検出器を導入、(3)各種試料・測定に対応するため、各種試料台と測定位置確認用に長焦点顕微鏡(カメラ)を導入、(4)装置の調整・測定用36軸を簡単に操作でき、マクロ測定も可能なソフトを用意した。その結果、① $2\theta$ 角が150度までの広角測定や面内測定、②300mmウエハ測定、③10 $\mu\text{m}$ 微小領域測定、④マッピング測定が可能になった。また、連続測定が可能になったため、⑤測定時間が約半分になった。性能評価実験では、1nmゲート酸化膜の反射率測定において12桁測定に成功し、対応する厚さ分解能は1Åであった(図6は300mmウエハを載せ

1 $\mu\text{m}$ 以下であった。また0.5 $\mu\text{m}$ 領域内のEXAFS測定が可能であることも確認した。今後は、本システムによる微小領域での回折測定を行うと共に、FZP集光による更なる微小ビーム形成を行う。

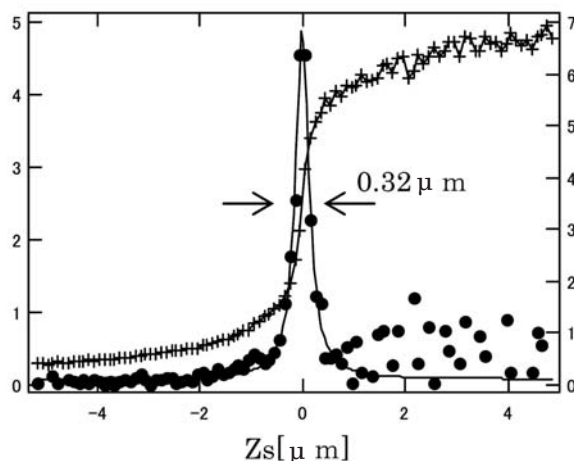


図7 集光ビームサイズ評価結果 (Z方向)

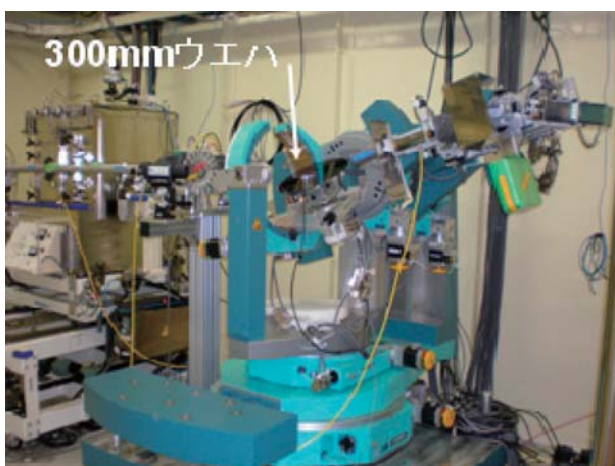


図6 300mmウエハを載せたBL16XU回折装置

た装置の写真)。

### 4) マイクロビーム装置の更新と特性評価<sup>8)</sup>

BL16XUでは、これまでマイクロビーム形成装置として1 $\mu\text{m}$ □のマイクロビームを形成し、活用してきた。設備更新において、液体窒素冷却単色器の導入と、マイクロビームに対応した高精度ゴニオメータを導入し、マイクロビーム装置の高性能化を計った。その結果、ビームサイズ0.3×0.5 $\mu\text{m}$ □、8.5×10<sup>9</sup>photons/secのサブミクロンビームを形成することができた。そのビームプロファイルを図7に示す。

また、このビームで1 $\mu\text{m}$ のライン&スペースを0.25 $\mu\text{m}$ 送りで測定した結果を図8に示す。導入した高精度ゴニオメータは、0.05 $\mu\text{m}$ での送り、360°回転による位置ズレも

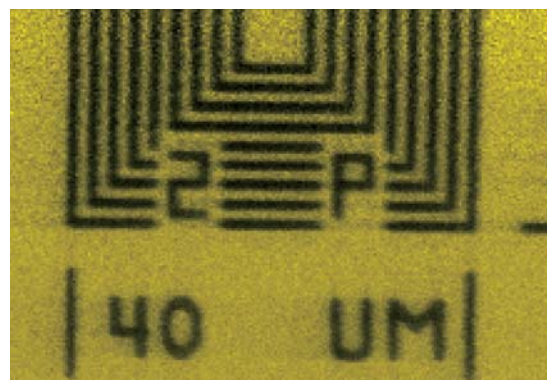


図8 集光ビームによる1 $\mu\text{m}$ L&S試料の蛍光像

### 5) その場計測用ガス設備

触媒材料や電池材料などの分野では、反応中の材料の構造は、室温、大気中に取り出した構造とは異なることが知られており、これを正しく評価するには、材料が反応を起こしている条件、たとえば高温条件や反応ガス条件で測定する必要がある。このような“その場”計測を可能とするため、サンビーム共同体では、BL16B2実験ハッチに各種の反応ガスを安全に供給・排気するための設備を2005年9月に導入した。

さらに、BL16XU実験ハッチにも反応ガスを供給するため、ガス供給配管を分岐し、スイッチにより供給先を切り替えるようガス取扱い設備の拡充工事を行い、2007年9月に完了した。これによりBL16B2とBL16XU両ビームラインで反応ガスを用いた実験を行うことが可能となり、XAFSやアンジュレータ光を用いたX線回折によるその場

計測が可能となった（図9はサンビームに設置したその場計測用ガス取扱い設備の写真）。

これら1）～5）に代表される更新設備は順調に立ち上がり既に各社利用を開始している。



図9 サンビームに設置したその場計測用ガス設備

#### 参考文献

- [1] 平井康晴、他：SPring-8利用者情報、**4** (1999) 16；久保佳実：ibid. **6** (2001) 103.
- [2] 平井康晴、他：第13回日本放射光学会年会（2000/1/8、岡崎）；N. Awaji et al.: Jpn. J. Appl. Phys. **39** (2000) L1252.；Y. Hirai et al.: Nucl. Instr. and Meth. **A521** (2004) 538.
- [3] 産業用専用ビームライン建設利用共同体編集・発行「第7回サンビーム研究発表会（第4回SPring-8産業利用報告会）報告書」. <http://sunbeam.spring8.or.jp/>
- [4] 廣沢一郎：SPring-8利用者情報、**13** (2008) 386.
- [5] 飯原順次：第8回サンビーム研究発表会（第5回産業利用報告会）2008年9月.
- [6] 竹村モモ子：ibid. 2008年9月.
- [7] 淡路直樹：ibid. 2008年9月.
- [8] 上田和浩：ibid. 2008年9月.
- [9] 出口博史：ibid. 2008年9月.

パナソニック(株)  
マテリアルサイエンス解析センター  
尾崎 伸司