

# BL16B2 (サンビームBM) 産業用専用ビームライン建設利用共同体

## 1. はじめに

BL16B2 (サンビームBM) は、BL16XU (サンビームID) 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。1998年8月の専用ビームライン据付工事着工申請書承認をもって設置利用を開始(各社利用は翌年10月から開始)し<sup>[1]</sup>、2008年8月に満10年を迎えた。

## 2. ビームライン・実験装置の概要<sup>[2]</sup>

BL16B2の基本仕様を表1に示す(機器配置図は前節BL16XUの図1に示す)。光源は偏向電磁石であり、光学ハッチ内に配された可変傾斜型二結晶単色器との組み合わせで、広い波長範囲のX線エネルギーが利用可能になっている。光学ハッチ内には高調波除去・集光用のベントシリンドリカルミラーも設置されている。実験ハッチ内には、光源に近い上流側に大型実験架台、下流側にX線回折装置が配置されている。大型実験架台は、実験配置の自由度を確保できるよう表面を平滑仕上げとし、設置した2台のゴニオメータを用いて、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。一方、X線回折装置では、高エネルギーX線を用いた回折実験が可能である。また、2005年度にCOやNOなどの毒性ガスや、H<sub>2</sub>やCH<sub>4</sub>等の可燃性ガスをBL16B2実験ハッチに安全に供

給し排気するための「その場計測用ガス設備」を設置し、2006年度にはXAFS測定時間の大幅短縮を可能にするQuick XAFS計測系を導入した。これらを併用することで、触媒などの材料が反応ガス中で変化する過程を時分割でXAFS解析することが可能となっている。

## 3. 利用の状況

サンビームではユーザータイムを各社均等に配分している。2008年度のBL16B2では、年度初頭に設備更新に関わるオンライン作業が多く実施されたことから、各社利用に供することができた割合はユーザータイムの71%程度にとどまった。BL16XUとBL16B2を合わせた各社の利用日数は年間19日であった。

装置別の利用割合を図1に示す。利用開始以来、XAFS測定が80%以上を占めているが、X線回折装置が新たに設置されたことから、今後は状況が変化する可能性がある。利用分野については、図2に示すように、電池分野が最多となったが、単独の分野への偏りは見られない。適用分野の多様化が進んでいることが伺える。また、どの分野においても試料を実環境に近づけたin-situ測定が見受けられた。自由度の高い実験配置を可能とした設備を生かし、各社ニーズに一層マッチした特色のある実験がこれまでも増して実施されることが期待される。

表1 BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
光子エネルギー	4.5keV～113keV
単色器	可変傾斜型二結晶 (Si (111)、Si (311)、Si (511))
光子数	～10 <sup>10</sup> photons/s
ビーム径	0.1mm (H) × ～0.1mm (V) ミラー使用 60mm (H) × ～5mm (V) ミラー無し、 Si (311) 設計値
設置機器手法	実験架台 (XAFS、トポグラフィ、X線イメージング) X線回折装置 (X線回折、反射率測定) その場計測ガス設備

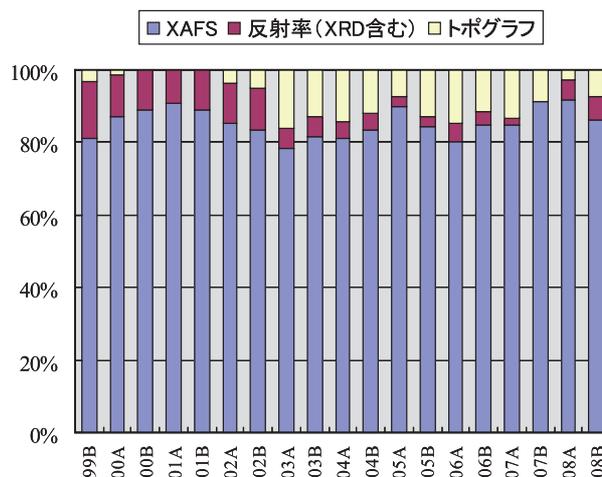


図1 BL16B2設置装置の利用割合

〔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(2009年9月現在、50音順)

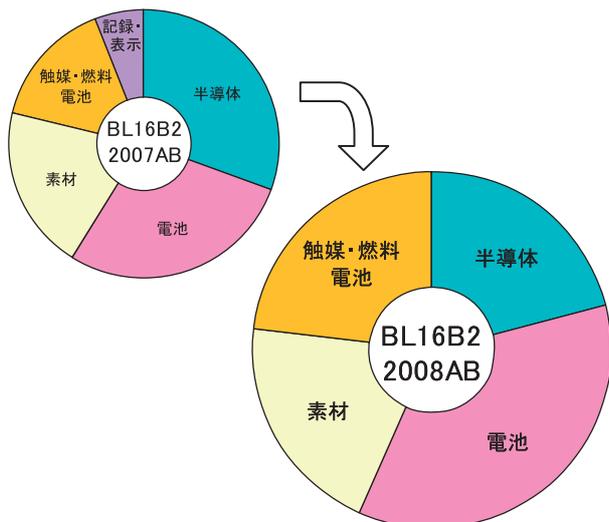


図2 BL16B2の利用分野

#### 4. 設備更新の実施<sup>[3]</sup>

共同体では再契約を機にBL16XUおよびBL16B2に対し大幅な設備更新を行った。更新作業は2008年夏期ではほぼ完了し、2008B期より各社利用に供されている。BL16B2で実施した更新の概要を以下に列記する。

- ①実験架台の更新。平滑定盤とエアパッド浮上式ステージなどの採用により、実験機器配置の自由度を高めた。各社ニーズにマッチしたin-situ XAFS実験等の実施を容易にした。
- ②X線回折装置導入。高エネルギーX線を用いた回折実験が実施可能となった。実用サイズ大型試料にも適用可能とした。
- ③19素子Ge半導体検出器新設。受光面積拡大とハイスループットを実現でき、極微量成分の蛍光XAFS測定を可能にした。
- ④フラットパネル検出器新設。2次元X線画像の高速取得が可能となり、CT/回折マッピング等での利用が可能である。

#### 5. 成果のアピール

BL16XU/B2に関する成果報告として、サンビーム研究発表会を2001年から毎年開催している。2008年は「第8回サンビーム研究発表会（第5回SPring-8産業利用報告会）」として9月18日～19日に東京・お台場の日本科学未来館で開催された。詳細については前節BL16XUの6項を参照されたい。

#### 6. 研究事例・成果の紹介

BL16B2を利用した研究事例・成果について、以下に3例紹介する。なお、ここで紹介しきれない研究事例・成果も数多くある。サンビームWEBサイト<sup>[4]</sup>やサンビーム

研究発表会報告書等で紹介しているので、参照していただきたい。

##### (1) 19素子SSDを用いたAsドーパントの高感度XAFS測定<sup>[5]</sup>

半導体中のキャリア濃度を左右するドーパントの制御は、MOSFETを作製する上で必要不可欠な技術である。Si中でドーパントが活性化しているか否か、また不活性化のメカニズム解明は重要な課題として挙げられ、代表的なドーパントであるAsのSi中における振舞いを分析することはその解決への糸口を探ることに繋がる。そこで今回、Si中に注入されたAs原子が濃度に対してどのように振舞うか、19素子SSDを用いたXAFS測定により調査を行った。用いた試料はAs濃度が $3 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ 、 $2 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ 、 $5 \times 10^{13}/\text{cm}^2$ 、 $5 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ であり、注入加速電圧10keVのas-impla試料である。測定の際には試料配置の最適化と、19素子SSDを用いたX線取り込み角増大によって従来よりも高感度な測定を進めた。

図3に各試料に対してAs-K XAFS測定を行った結果を示す。また、抽出されたEXAFS関数を図4に示す。 $5 \times 10^{12}/\text{cm}^2$ という極めて低濃度の試料でも広い波数範囲にわたって明瞭なEXAFS振動を確認できる。振動構造はAs濃度の減少に伴って変化しており、As原子周辺の局所構造が変化することを見出した。

##### (2) 高エネルギーX線を用いた金属/セラミックス界面の応力測定<sup>[6]</sup>

様々な素子・部品で金属とセラミックスの接合がある。金属膜とセラミックスの接合による残留応力を把握するには、X線残留応力測定が行われている。通常のエネルギーのX線を用いた場合、測定のためにはX線が金属膜を除去または透過できる程度に薄膜化する必要がある。しかし金属膜

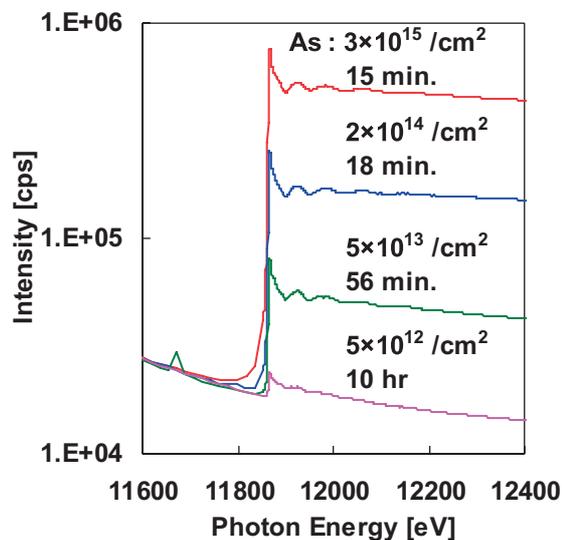


図3 As-K XAFS測定結果

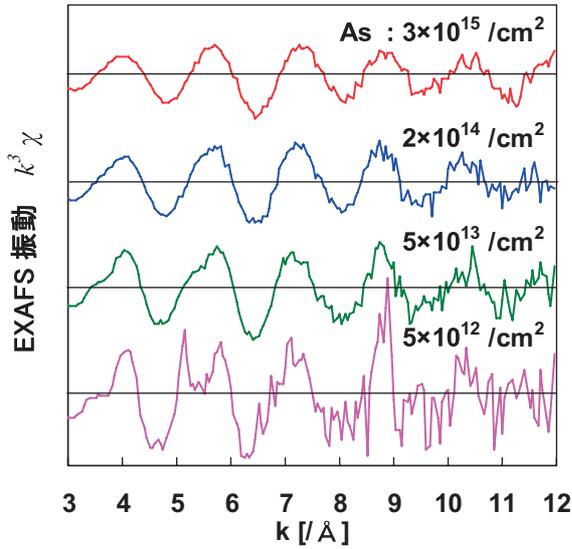


図4 抽出されたAs-K吸収端EXAFS

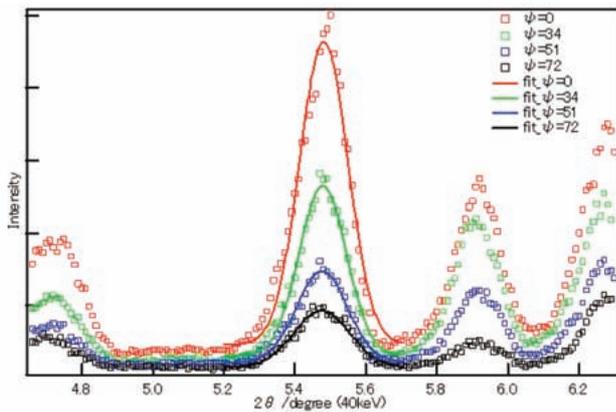


図5 側傾法で得られたSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 110回折線のプロファイル

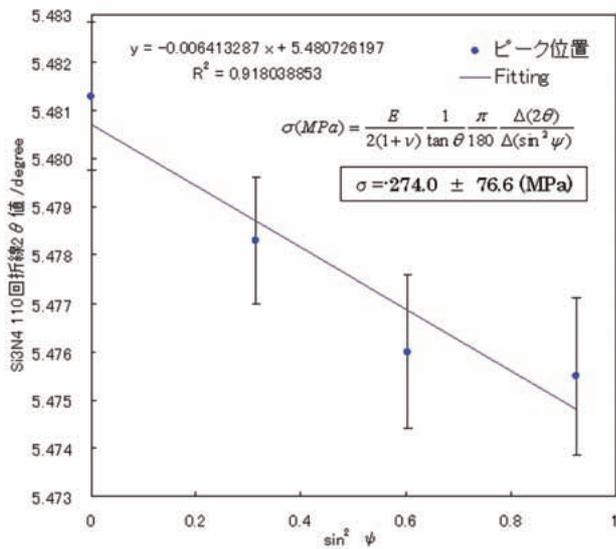


図6 得られた $\sin^2\psi-2\theta$ プロット

の除去・薄膜化は元の残留応力をも変化させてしまっている可能性がある。正確な残留応力を測定するためには金属膜の除去・薄膜化などは施さない状態で測定する必要があり、その実現のために金属膜を透過するような高エネルギーのX線を用いることが一つの方法である。今回、金属膜を除去・薄膜化せずに金属/セラミックス界面付近のセラミックスの残留応力を、高エネルギーX線を用いて調査する。

金属膜が付いた状態の応力を調査するため、金属膜を透過する高エネルギーのX線を用いた残留応力測定を実施した。試料はSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>セラミックス+金属膜(膜厚10μm)である。入射X線として39.2keVの単色X線を用い、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>110回折線(2θ=5.5°)を計測した。傾斜法を用いてψ=0°、34°、51°、72°とした。

図5に側傾法で得られたSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 110回折線のプロファイルを示す。これより高エネルギーX線を用いて、金属膜下のセラミックスの回折線を観察できていることが確認された。図6に $\sin^2\psi-2\theta$ プロットを示す。2θ=5.2~5.7°をガウス関数でフィッティングし、各ピークのピーク位置を求めた後、 $\sin^2\psi-2\theta$ プロットの直線回帰から応力σを算出し、測定誤差の推定値は標準偏差の幅で規定した。金属膜下のセラミックスの残留応力値を得ることができている。

(3) サンビームBL16B2の大視野化<sup>[7]</sup>

BL16B2の大視野化(ビームサイズ拡大)を目的として、モノクロメータ用第1結晶の固定歪み低減を試みた。従来の結晶は液体In-Gaで冷却用銅ブロックにしっかりと固定されており、100μrad以上の固定歪みが存在していた。このため、本ビームラインの設計ビームサイズ(横40mm、縦5mm以上)に対して、その数分の一程度のサイズしか得られていなかった。今回、結晶と銅ブロックの間にInシートを挟み、上部および側面からバネで結晶を緩く固定する構造にし、歪みの低減を図った。その結果、固定歪みは1μrad以下になり、ビームサイズを大幅に拡大することができた(図7)。さらに、ビームが水平になったために非対称結晶を用いたビームの効率的な拡大が可能になり、最大で40×40mm(20keV)のビームを形成することができた(図8)。今後は、固定歪みの低減に伴って相対的に目立つようになった熱による歪みの低減に取り組み、より広く均一なビームの形成を試みる。なお、本研究は共同体イメー

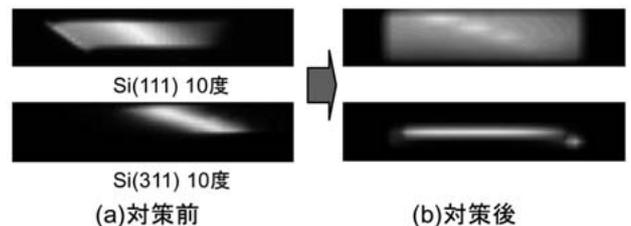


図7 スリットスキャンによるビーム形状の測定結果

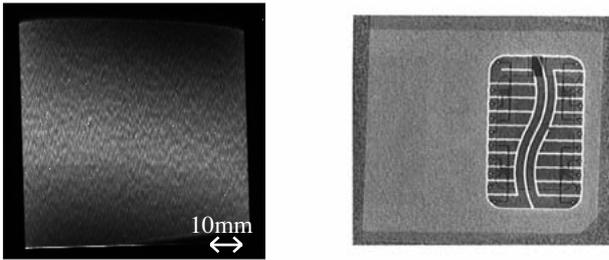


図8 非対称結晶によって得られた40mm角のビームとそれを用いて得られたSDカードの透過像

ジングサブグループの共同研究の一環として行われた。

#### 参考文献

- [1] 泉弘一、他：SPring-8利用者情報 Vol.4, No.4 (1999) pp.20：ibid. 6 (2001) 103.
- [2] 稲葉雅之、他：SPring-8シンポジウム (2008/10/31、東京)
- [3] 尾崎伸司：SPring-8年報 (2007) pp.129.
- [4] サンビームWEBサイト URL <http://sunbeam.spring8.or.jp/>
- [5] 高石、吉木：第9回サンビーム研究発表会 (第6回産業利用報告会) 講演番号S-14 2009年9月
- [6] S. Yamaguchi, et al.: SPring-8利用報告書 2008A5372
- [7] 米山明男：第9回サンビーム研究発表会 (第6回産業利用報告会) 講演番号S-19 2009年9月

(株) 神戸製鋼所  
材料研究所 表面制御研究室  
稲葉 雅之