

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 (サンビーム共同体) 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^[1]、2008年8月に満10年を迎えると共に、今後10年間のビームライン利用に関する契約更新を行った。また併せて実験装置の更新・機能アップを図っている^[2]。

2. ビームライン・実験装置の概要^{[2][3]}

BL16XUの基本仕様を表1に、機器配置を図1に示す。光源は磁石周期長を標準型 (32 mm) より長い40 mmとした真空封止型水平直線偏光X線アンジュレータであり、長波長ビームを出し易くしている。光学ハッチ内には、高輝度・高強度のX線ビームが得られる液体窒素循環冷却方式二結晶単色器と、円偏光X線生成のためのダイヤモンド位相子及び高調波除去・集光用ベントシリンドリカルミラーが設置されている。実験ハッチ内には、光源に近い上流側から順に、蛍光X線分析装置 (検出系として波長分散系とエネルギー分散系を装備)、多軸X線回折装置、マイクロ

ビーム利用測定装置 (走査型X線顕微装置、回折/蛍光X線/XAFS/XMCDに対応) が設置されている。

なおBL16XUでは契約更新の際に実験装置の更新・機能アップのための装置改造・入れ換えを上記3装置に対し行っているが、それほど大規模でない設備の拡充も毎年継続

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	4.5 keV~40 keV
単色器	液体窒素循環冷却二結晶 (Si (111))
光子数	~10 ¹² photons/s (μビーム ~10 ¹⁰)
ビーム径	1.0 mm (H) × 1.0 mm (V) 以下 (μビーム時0.5 μm (H) × 0.5 μm (V) 以下)
設置装置手法	蛍光X線分析装置 (波長分散系/エネルギー分散系) 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/XAFS/XMCD) その場計測用ガス設備

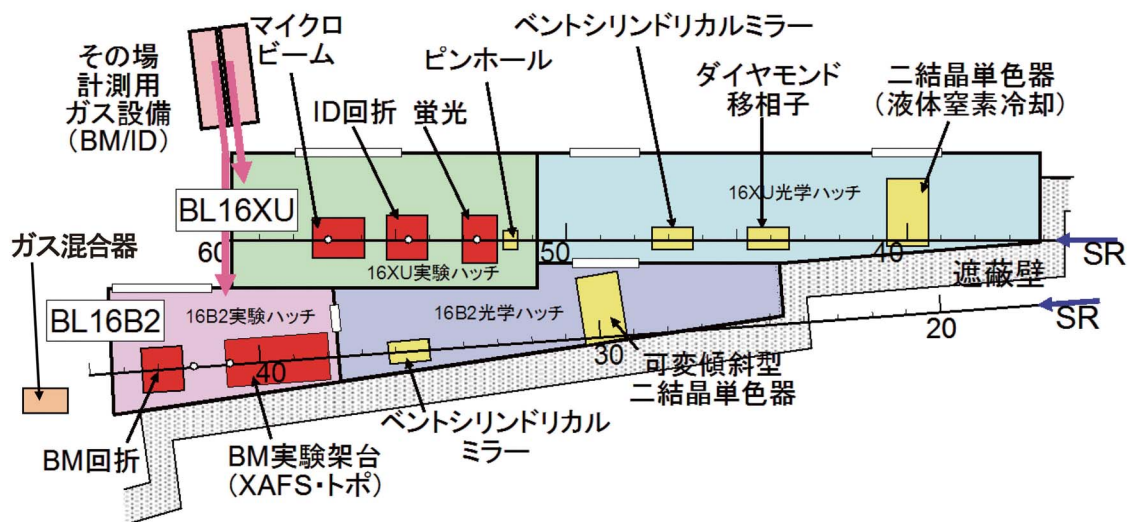


図1 BL16XUおよびBL16B2の光学ハッチ/実験ハッチ内機器配置図 (2010年10月時点)

[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, 日産自動車, パナソニック, 日立製作所, 富士通研究所, 三菱電機 (2011年3月現在, 50音順)。

している。2010年度は、マイクロビーム利用計測などへの適用を念頭に、試料に近接配置できる大面積SDD検出器の計測系一式を導入整備した。

3. 利用状況

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。共同調整作業の時間を除くと、BL16XUとBL16B2を合わせた各社の利用日数は年間20日であった。

2010年度のBL16XUにおける装置別利用割合を図2に示す。最も利用されているX線回折装置の割合が増えてきた反面、蛍光X線分析装置の利用は僅かとなっている。ここ数年増加してきたマイクロビームの利用割合は高いレベル

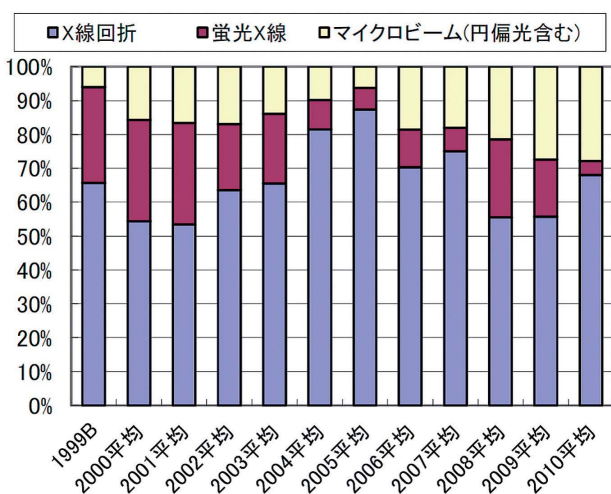


図2 BL16XU実験装置の利用割合

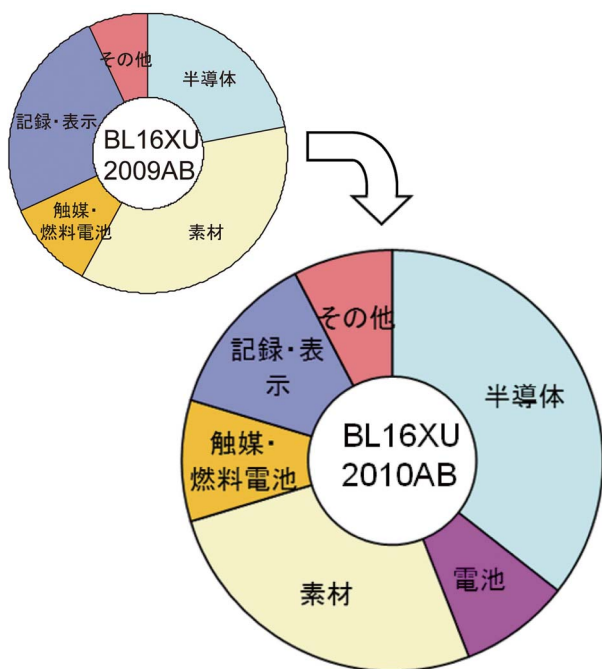


図3 BL16XUの利用分野

を維持している。利用分野については、図3に示すように、記録・表示に関するテーマが減少し、これまで無かった電池が登場している。これは、エネルギー関連の分野が注目されていることを示すものと言える。ほかにも半導体分野が増加して素材が減少するなどそれぞれの割合に変化はあるものの、様々な分野においてBL16XUの利用が定着しつつあるものと考えられる。

4. ビームライン見学会^[4]

2010年9月3日、サンビーム共同体としては3回目となるビームライン見学会を開催した。過去には、ビームライン建設終了時(2001年)と契約更新終了時(2008年)に実施している。今回は見学対象者をサンビーム関係者以外にも広げるとともに、ビームラインに設置された各装置の見学だけでなく各社成果のポスターも展示・説明し、理化学研究所・播磨研究所殿のご厚意によりX線自由電子レーザー実験施設(XFEL)の見学オプションも組み入れることができ、約90名の方々にご参加いただいた。

5. 成果の紹介・研究事例

サンビーム共同体としては成果の外部発表という観点から2001年より「サンビーム研究発表会」を開催してきた。2004年からはJASRI産業利用推進室、(財)ひょうご科学技術協会と連携し、当時のSPring-8における産業利用のほとんどを対象とする「SPring-8産業利用報告会」を催しており、以後毎年3者共催の形で継続してきた。2009年からはさらに「SPring-8シンポジウム」との合同開催の形態になり、2010年度は11月4日～5日に東京・ステーションコンファレンスにおいて、「第2回SPring-8合同コンファレンス」の一枠として「第10回サンビーム研究発表会」を実施した。

BL16XUを利用した研究事例・成果については、各社より論文・学会発表等の形で発表されており、また前述のサンビーム研究発表会及び研究会報告書^[5]においても紹介されている。以下に代表的な研究例を示すが、それ以外の研究事例・成果についてはサンビームWEBサイト^[6]やサンビーム研究発表会報告書^[5]等を参照していただきたい。

(1) X線磁気顕微鏡の開発^[7]

ネオジム焼結磁石は、その高い保磁力と経済性からエレクトロニクス、情報通信、医療、工作機械、産業用・自動車用モーター等広範な分野で利用されている。永久磁石材料は、環境負荷低減、省エネ、発電効率の向上等で、更なる高性能化が求められている。最近では、磁石構成元素と磁気を結びつける情報としてX線磁気円二色性(XMCD)が利用されている。そこでBL16XUにおいて、外部磁場を±2.3Tで可変可能なX線磁気顕微鏡を開発した。

図4に磁気顕微鏡の構成概略図を示す。電磁石を用いて

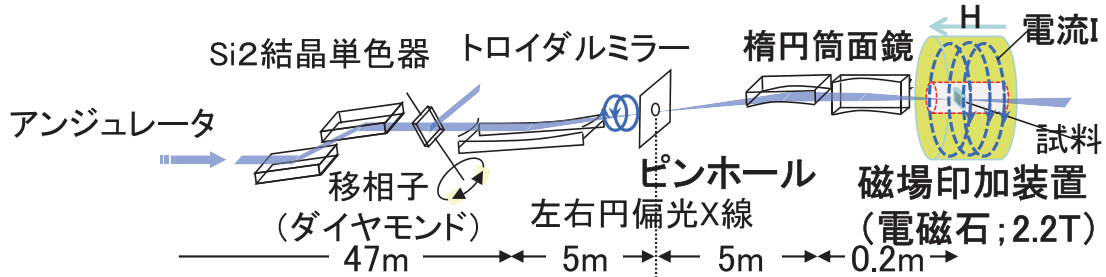


図4 磁気顕微鏡概略図 (@BL16XU)

強磁場化が図られている。測定には薄膜ネオジム磁石をC基板上に多層積層し、FIB加工により、4 μm の四角柱、円柱の微小磁石を形成した試料を用い、1 μm の円偏光集光ビームを利用して、透過像とXMCD像を得た。図5 (a)はX線磁気顕微鏡で測定したX線顕微鏡像である。左の黒い帯がベタ膜部分であり、中央3個の島が四角柱、右側が円柱である。図5 (b)~(d)は外部磁場を変えてNd-L₂XMCD強度を測定した結果である。微小磁石部分はベタ膜部分と異なり、複雑な分布をとりながら磁化反転していくことが可視化できた。この結果から開発したX線磁気顕微鏡の分解能が1 μm であることが分かった。

(2) ペンタセン薄膜のX線回折法による構造解析^[8]

フレキシブルディスプレイや大面積ディスプレイなどの実現のために有機分子材料を用いた電子デバイスの開発が行われている。特にペンタセンに代表される低分子芳香環化合物は、有機TFTの半導体材料として有望視されている。キャリア移動度は低分子芳香環化合物材料では、分子の配

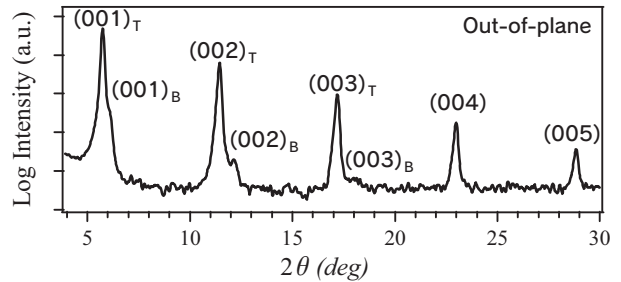


図6 ペンタセン薄膜のOut-of-plane XRDプロファイル

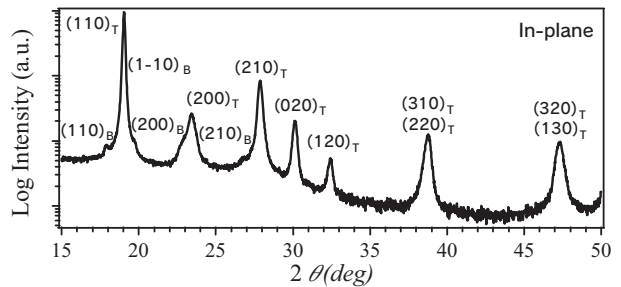


図7 金属/ガラス界面におけるX線回折プロファイル

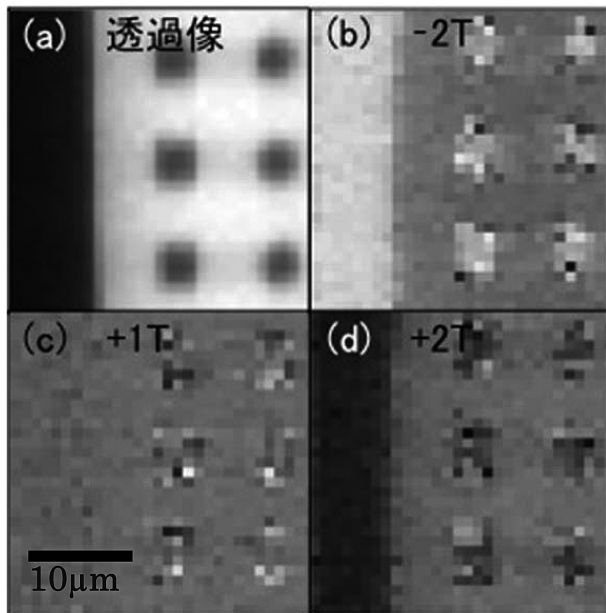


図5 ネオジム薄膜磁石のX線磁気顕微鏡像
(a) 透過像とNd-L₂XMCD像
外部磁場：(b) -2T、(c) +1T、(d) +2Tの場合

列、配向やパッキングなどに支配される。そのため有機半導体の薄膜状態において、結晶構造を把握することは移動度の向上を図るうえで重要である。そこで放射光X線回折により、有機半導体薄膜の結晶性について評価を試みた。

試料は有機半導体ペンタセン及びペンタセン誘導体を、絶縁膜を形成したSi基板上に成膜したものを用いた。図6にペンタセン薄膜のOut-of-plane XRDプロファイルを示す。(001)のピークのみが観測され、C軸配向していることが分かるとともに、Thin-film相は面直方向に拡大しており、わずかにbulk相が認められる。図7にIn-plane XRDプロファイルを示す。Thin-film相が主に存在するが、面内方向の格子定数がわずかに異なるBulk相が混在している。TEM解析の結果も合わせると、膜厚増加に伴い、応力を緩和するように結晶欠陥やbulk相が生成すると推測される。

参考文献

- [1] 平井康晴、他：SPring-8利用者情報 Vol.4, No.4 (1999)
pp. 16；久保佳実：ibid. 6 (2001) 103.
- [2] 尾崎伸司：SPring-8年報2007年度 pp. 129.
- [3] 稲葉雅之、他：SPring-8シンポジウム（2008/10/31、
東京）
- [4] 川村朋晃：SPring-8利用者情報 Vol.15, No.4 (2010) pp.
267-269.
- [5] 産業用専用ビームライン建設利用共同体編集・発行
「第10回サンビーム研究発表会（第7回SPring-8産業利
用報告会）報告書」
- [6] サンビームWEBサイト URL [http://sunbeam.spring8.
or.jp/](http://sunbeam.spring8.or.jp/)
- [7] 上田和浩：第10回サンビーム研究発表会（第7回
SPring-8産業利用報告会）講演番号S-14 2010年11月
- [8] 越谷直樹：第10回サンビーム研究発表会（第7回
SPring-8産業利用報告会）講演番号S-05 2010年11月

川崎重工業株式会社 技術研究所
巽 修平