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。1999年10月から各社利用を開始し、2008年8月には、今後10年間のビームライン利用に関する契約更新を行い、併せてHUBER回折装置の導入など、実験装置の大幅な更新・機能アップを行った。BL16XUにおいては大幅な更新後にも、毎年、機能アップのための設備の導入や更新を行うとともに、基盤となる測定技術を共同で開発している。

2. ビームライン・実験装置の概要

BL16XUの光源は磁石周期長が40 mmの真空封止型水平直線偏光X線アンジュレータであり、仕様の波長範囲内で、スムーズなビーム強度分布を得ている。光学ハッチ内には、熱負荷によるモノクロ結晶の歪が少ない液体窒素循環冷却方式の二結晶単色器を設置している。さらに、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・集光用の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:WDXとエネルギー分散:EDX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。

2011年度には、図1に示すように、金属材料の残留応力 測定において、試料結晶粒の配向を平均化するための揺動 ステージをHUBER回折計に導入した。

一方、共同作業として図2に示す蛍光X線分析装置を利用した斜出射XANES、XAFS測定技術を開発した。

試料表面の化学状態分析方法として、全反射法による XAFS測定が行われているが、この方法では試料表面での フットプリントが広がるため面積の大きい試料が必要になる。一方、斜出射 XAFS法は試料に直入射に近い角度で X線を入射するため、微少領域の表面 XAFSの測定が可能な 手法であるが、浅い出射角度の蛍光 X線を用いるため、検出効率は低くなる。斜出射 XAFS法の有用性を確認する ため、BL16XUにおいて、EDX 検出法と WDX 検出法を

用いた検討を実施した。図3の斜出射蛍光測定配置において、検出角度分解能は、検出器前に取り付けたアパーチャサイズにより決まる。測定により図4の結果が得られ、斜出射法により表面2 nm以下の酸化膜が検出できることが分かった。[1]



図1 HUBER回折計に設置した試料揺動ステージ

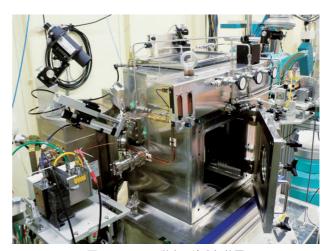


図2 BL16XU 蛍光 X 線分析装置

[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(2012年3月現在、50音順)

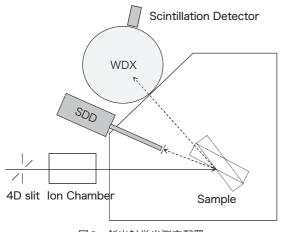


図3 斜出射蛍光測定配置

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。2011年度は、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21日であった。図5に2010年度から2011年度におけるBL16XUの利用対象分野の変化を示す。記録・表示分野に関する利用がなくなり、素材分野の割合が大きく増え、電池関係も増えている。図6は過去から2011年までのBL16XUにおける実験装置別の利用割合を示している。X線回折が60%以上を占め、残りが蛍光X線やマイクロビームとなっている。

4. 成果の紹介

サンビーム共同体としては成果公開の促進という観点から 2011年に「サンビーム年報・成果集 vol.1」 [2] を刊行した。表 1 は part.2 成果集において報告されている BL16 XU 関連の論文リストである。この冊子には 2011年に開催された第 11 回サンビーム研究発表会の発表資料も掲載されている。 PDF ファイルはサンビームのホームページ

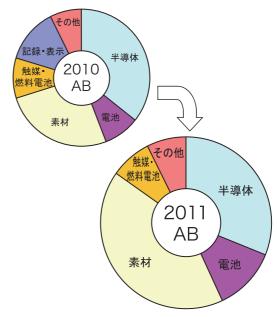
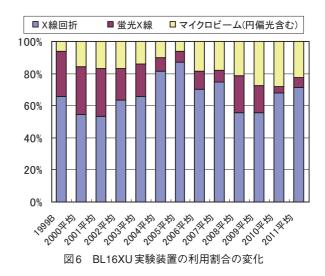
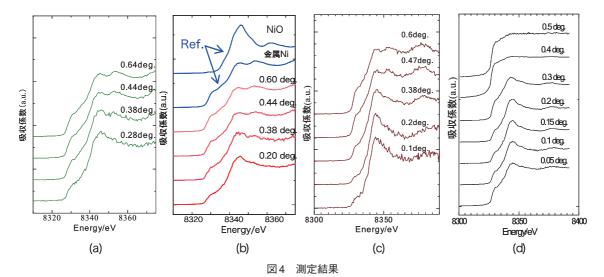


図5 BL16XUの利用分野





(a) WDX 角度分解能 0.17°、(b) EDX 角度分解能 0.08°、(c) EDX 角度分解能 0.02°、(d) 全反射 XANES

表 1 サンビーム年報・成果報告書 vol.1(2011)part.2 BL16XU関連論文リスト

タイトル	著者			所属	ページ
X-ray Reflectivity Study of Chemical Vapor Deposition Silicon	Kazumasa Kawase		vase	Mitsubishi Electric	24
Dioxide Film Densified with Ozone Gas	et.al.			Corporation	24
Development of X-ray Fourier transform holography technique	N. Awaji et al.		اد	Fujitsu Laboratories	28
for investigation of nanoscale materials	IV. Awaji et al.			Ltd.	20
X線反射率によるMnIr/CoFe交換結合膜の構造解析	土井	修一	他	株式会社富士通研究所	32
マイクロビーム走査型高速蛍光X線顕微鏡の開発	米山	明男	他	株式会社日立製作所	38
リチウムイオン電池正極における面内結晶性評価	神前	隆	他	パナソニック株式会社	41
Liイオン二次電池材料のマイクロXAFS測定	浅田	敏広	他	日産自動車株式会社	48
放射光マイクロビームX線を用いた蛍光体フリー白色LEDの評価	榊	篤史	他	日亜化学工業株式会社	52
円偏光X線を用いたNd ₂ Fe ₁₄ B磁石の磁気特性評価	野崎	洋		株式会社豊田中央研究所	60
半導体デバイスのCrystal Truncation Rod分析	高石理	浬一郎	他	株式会社東芝	65
X線散乱による水酸化カリウム水溶液中の炭酸イオンの構造解析	出口	博史	他	関西電力株式会社	67
X線トポグラフィーによる4H-SiCエピタキシャル膜中の欠陥評価	鎌田	功穂	他	財団法人電力中央研究所	74
有機半導体薄膜のX線回折評価	越谷	直樹	他	ソニー株式会社	80
X線回折によるSi添加鋼の高温酸化挙動の観察	北原	周	他	株式会社神戸製鋼所	92
X線回折手法を利用したガスタービン用ニッケル基超耐熱合金の クリープ損傷評価	井頭覧	豎一郎	他	川崎重工業株式会社	95

http://sunbeam.spring8.or.jp/の「研究成果」からダウンロードすることが可能である。

参考文献

- [1] 梅本慎太郎、他:第47回 X 線分析討論会講演要旨集、 p156-157 (2011)
- [2] サンビーム年報・成果集 vol.1 2011、 編集発行:サンビーム共同体、 2012年3月発行

株式会社 富士通研究所 淡路 直樹