

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社・グループ^[脚注]で構成され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・運営する専用ビームラインである。1998年8月に専用ビームライン据付工事着工申請書が承認され、BL16XU/B2ともに設置・利用が開始され、1999年9月よりサンビーム共同体各社への供用が開始された^[1]。2006年度に、供用開始からのサンビームの成果をまとめるとともに、2008年度からの10年間の次期計画を申請した。2007年度に次期計画が承認されたことを受け、2007年度と2008年度の2ヵ年度にわたって、大幅な設備更新・改造を実施した^[2]。その後も、サンビーム共同体各社のニーズに合わせて、機能向上を継続的に行っている。

2. ビームライン・実験装置の概要

BL16XUの基本仕様を表1に、実験装置などの機器配置の概略図を図1にそれぞれ示す。光源は磁石周期長を標準型の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、より長波長側の放射光X線の発生を可能としている。光学ハッチには、上流側から液体窒素循環間接冷却方式Si(111)二結晶単色器、ダイヤモンド移相子、及びベントシリンドリカルミラーが設置されて

いる。液体窒素冷却により、実験ハッチに導入されるビームは、1 mm角以下のサイズで、高いフラックスと位置安定性を有する。移相子を用いて円偏光を生成し、X線磁気円二色性(XMCD)実験を行える。実験ハッチ内には、上流側から蛍光X線分析装置、8軸X線回折装置及びマイクロビーム形成装置が設置されている。また、反応性ガス供給・排気装置を備え、ガス雰囲気下でのその場測定を行える。

2012年度には、後述の通り、CdTe半導体検出器を導入し、20 keV以上などの高エネルギーX線による高感度・高エネルギー分解能X線回折測定などを、良好なデータ品質をもって実行できるようにした。

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40 mm、周期数112 |
| 光子エネルギー | 4.5 keV~40 keV |
| 単色器 | 液体窒素循環間接冷却二結晶(Si(111)) |
| 光子数 | ~10 ¹² photons/s (マイクロビーム~10 ¹⁰) |
| ビームサイズ | 1.0 mm(H)×1.0 mm(V)以下 (マイクロビーム0.2 μm(H)×0.2 μm(V)以下) |
| 実験装置・設備 | 蛍光X線分析装置(波長分散型/エネルギー分散型) 8軸X線回折装置 マイクロビーム形成装置(マッピング機構、X線回折/蛍光X線分析/XAFS/XMCD) その場計測用ガス設備 |

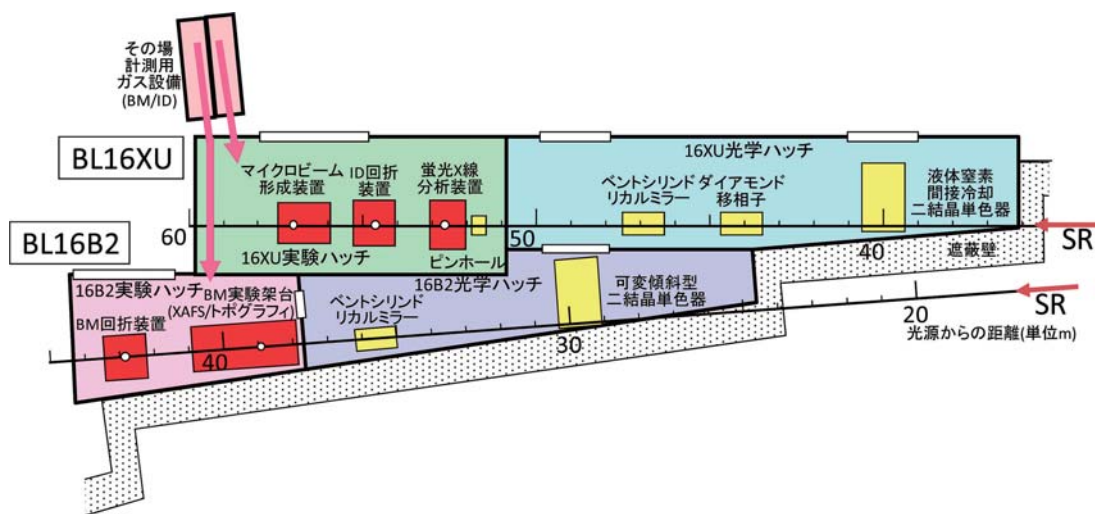


図1 BL16XU及びBL16B2における機器配置概略図 (2013年3月時点)。

[注] 川崎重工業(株)、(株)神戸製鋼所、住友電気工業(株)、ソニー(株)、電力グループ(関西電力(株)、(一財)電力中央研究所)、(株)東芝、(株)豊田中央研究所、日亜化学工業(株)、日産自動車(株)、パナソニック(株)、(株)日立製作所、(株)富士通研究所、三菱電機(株) (2013年3月現在、50音順)

3. 利用状況

BL16XUにおける2012AB期（2012年度）の各社の実験装置別利用割合を図2の右端に示す。それまでの年度と比較して、装置別利用割合の大小関係は変わらないが、2011年度に比べて、X線回折装置の利用がやや減って65%程度、マイクロビーム形成装置の利用がやや増えて25%程度、残りを蛍光X線分析装置の利用が占めた。

一方、2012AB期の各社の利用研究課題の適用分野別の比率を、2011AB期と比較して図3に示した。2011AB期に比べて、2012AB期では半導体分野での利用が増加した。これはSi半導体だけでなく、GaNなど窒化物系化合物半導体や、ペントセンなどに代表される有機半導体など、多様な半導体の評価への利用が一層進んだことを表している。

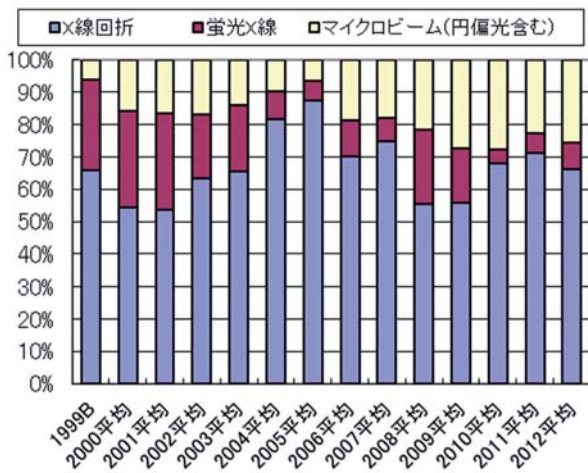


図2 BL16XUにおける実験装置別利用割合の年度別推移。

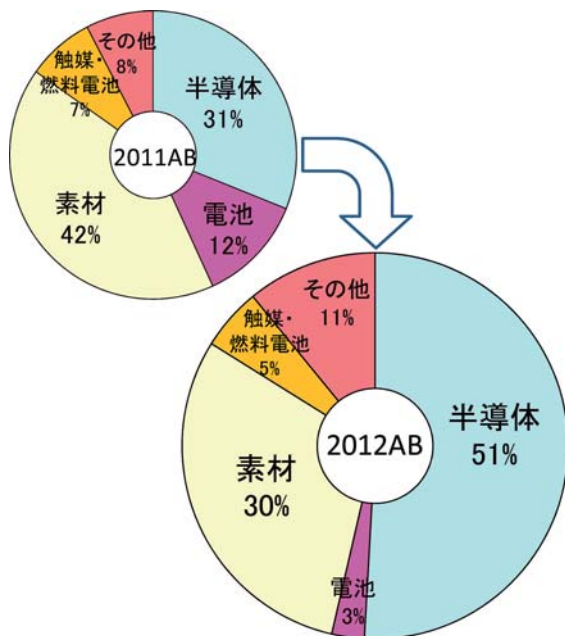


図3 BL16XUにおける利用研究課題の2011AB期(上)と2012AB期(下)の適用分野別比率。

4. サンビームの成果公開

各社の利用研究課題を通じてサンビームで得られた成果は、各社から学会発表、論文投稿などで対外的に適時報告されている。そのような報告を基本としながら、サンビーム共同体としては、サンビームの対外的な発表の場として、「サンビーム研究発表会」と「サンビーム年報・成果集」という2つを用意している。「サンビーム研究発表会」は、2001年度よりサンビーム共同体が毎年主催して直近の1年間に共同体各社のサンビームで得られた成果を発表する会である。2004年度からは、「SPring-8産業利用報告会」をJASRI、兵庫県と共催して、その中で併催するようになった。「SPring-8産業利用報告会」は、2010年度からは（株）豊田中央研究所も加わって、SPring-8の産業利用に関する最も規模の大きな報告会となっている。2012年度は、第12回サンビーム研究発表会（第9回SPring-8産業利用報告会、2012年9月6日～7日、名古屋市愛知芸術文化センター）を開催し、ポスター発表21件、口頭発表6件を行った^[3]。

一方、「サンビーム年報・成果集」は、サンビームでの各社利用実験課題の成果を論文形式で公開する媒体を提供する目的で2011年度より刊行を開始した冊子である。同年報・成果集は、JASRIの「重点産業利用報告書」の形式に倣った各社の成果報告論文、前述のサンビーム研究発表会の報告書、及びそれ以外のサンビーム共同体の年間活動記録などで構成されており、一年間のサンビームの成果と活動をまとめて閲覧できる内容となっている。

2012年度に同年報・成果集は、SPring-8の成果非専有実験課題の成果公開の媒体の一つである「公開技術報告書」としてSPring-8成果審査委員会にて認定された。2013年3月には、同年報・成果集のvol. 2が刊行された^[3]。同年報・成果集の内容は、vol. 1やそれ以外の成果も含めて、サンビーム共同体ホームページでも公開されている^[4]。

5. 研究・技術検討事例

以下に研究事例と技術検討事例を紹介する。

(1) 酸化亜鉛結晶薄膜のZn K吸収端分光における偏光依存性評価^[5]

酸化亜鉛（ZnO）は薄膜透明電極として注目されているが、結晶のc面内で電子が流れやすいといった異方性を有し、電極形成において結晶配向性制御が重要となる。X線回折では、膜厚が数10 nmを下回るとピークの半値幅が広がるなど、正確な解析が困難になる。

一方、Zn K吸収端XANESが結晶方位に対して敏感に変化するという報告がなされている^[6]。そこで、配向性が異なるZnO薄膜を用いてZn K吸収端XANESの入射光偏光依存性を評価し、XANESにて超薄膜の結晶配向性を評価できる可能性を探った。

スパッタ法によりガラス基板上に結晶配向性の異なるZnO膜（膜厚約100 nm）を形成した。XANES評価は、

BL16XUの蛍光X線分析装置を用い、蛍光法により実施した。試料を鉛直軸に対して回転させることにより、入射X線を試料表面に対して垂直入射から5°入射まで変化させてXANESスペクトルを測定した。強い<001>配向を有する試料のZn K吸収端XANESの偏光依存性を図4に示す。入射X線の視射角に応じたXANESスペクトルの形状変化が確かに認められた。別途、視射角を固定して配向性の異なる試料で、同XANESスペクトルを比較し、吸収端の複数のピークの強度比が変わることを確認できた。

よって、直線偏光した放射光を用いて得られたXANESの視射角依存性には、薄膜結晶の配向性を反映した情報が含まれることを明らかにできた。

(2) CdTe半導体検出器の導入^[7]

一般に、数10 keV～100 keV程度の高エネルギーのX線は、無機半導体や鉄鋼材料などに対する侵入深さが数100 μm～数mmにも達し、デバイス全体や部材の深い領域までを評価領域とし得る。回折・散乱X線の検出器として一般的なNaI (Tl) シンチレーションカウンターでは、エネルギー分解能が高くない(10数keV程度)のに加えて、含有元素のヨウ素K吸収端(33 keV)よりも高いエネルギーでバックグラウンドが顕著に増加するなどの欠点がある。それに対して、CdTe半導体検出器は、同シンチレーションカウンターの問題点がないことはもとより、他の半導体素子SiやGeに比べて、高エネルギー領域での検出効率が高いという利点を有する。サンビームでもその有用性を認識し、2011年度に予備検討を実施し、2012年度に新規に導入した。主としてBL16XUのX線回折装置で使用するが、BL16B2での使用も可能である。

実際に、75 keVの高エネルギーX線で、CeO₂の粉末X線回折プロファイルをNaI (Tl) シンチレーションカウンターとCdTe半導体検出器を用いて測定し比較した。検出エネルギー範囲はそれぞれの検出器で適切に設定した。図5に得られた回折プロファイルを示すが、CdTe検出器では全体的にバックグラウンドが低いのが分かる。また、NaI (Tl) シンチレーションカウンターの方がCdTe検出器よりもピークの数が多いが、エネルギースペクトルを別途見ることによって、高次光成分によって生じたピークであることが判明した。さらに検出器特性を詳細に調べ、共同体各社での利用において、良好なデータ取得につながる検討も実施した。今後、残留応力測定など、サンビーム共同体各社の利用実験で活用していく。

参考文献

[1] 平井 康晴: SPring-8利用者情報Vol.4, No.4 (1999) 16; 久保 佳実: ibid. Vol.6, No.2 (2001) 103.
 [2] 飯原 順次、他: 第22回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、11P012 (2009.1.9～12、

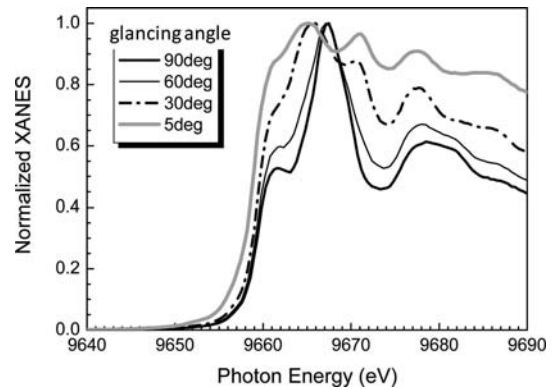


図4 c軸配向したZnO薄膜のZn K端XANESスペクトルの視射角依存性。

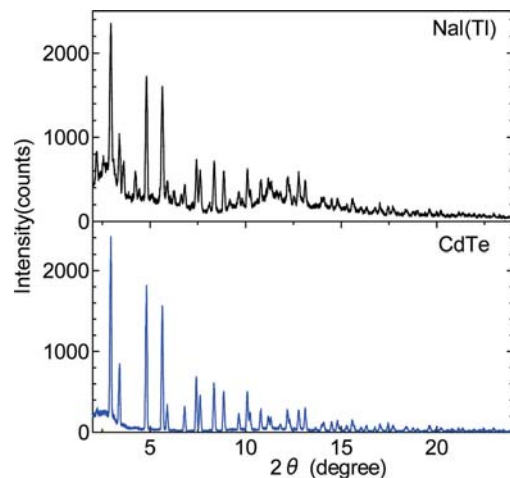


図5 CeO₂粉末のX線回折プロファイル。入射X線のエネルギー75 keV。(上)NaI(Tl)シンチレーションカウンター使用、(下)CdTe半導体検出器使用。

東京大学); 他 同合同シンポジウム 11P021, 12P027, 12P028, 12P029, 12P030, 12P031, 12P032.

[3] 『サンビーム年報・成果集 Vol.2 2012』(2013年3月、産業用専用ビームライン建設利用共同体発行)。第12回サンビーム研究発表会の報告部分はpp. 107-149に記載。
 [4] サンビーム研究成果公開WEBサイト <http://sunbeam.spring8.or.jp/top/seika.html>
 [5] 上原 康: 第12回サンビーム研究発表会(第9回SPring-8産業利用報告会)、講演番号S-19(2012.9.6、7、愛知芸術文化センター)。
 [6] T. Mizoguchi et al.: Phys. Rev. B **70** (2004) 045103.
 [7] 飯原 順次、他: 第60回応用物理学会春季学術講演会、29a-PA1-19 (2013.3.27～30、神奈川工科大)

ソニー株式会社 先端マテリアル研究所
 工藤 喜弘