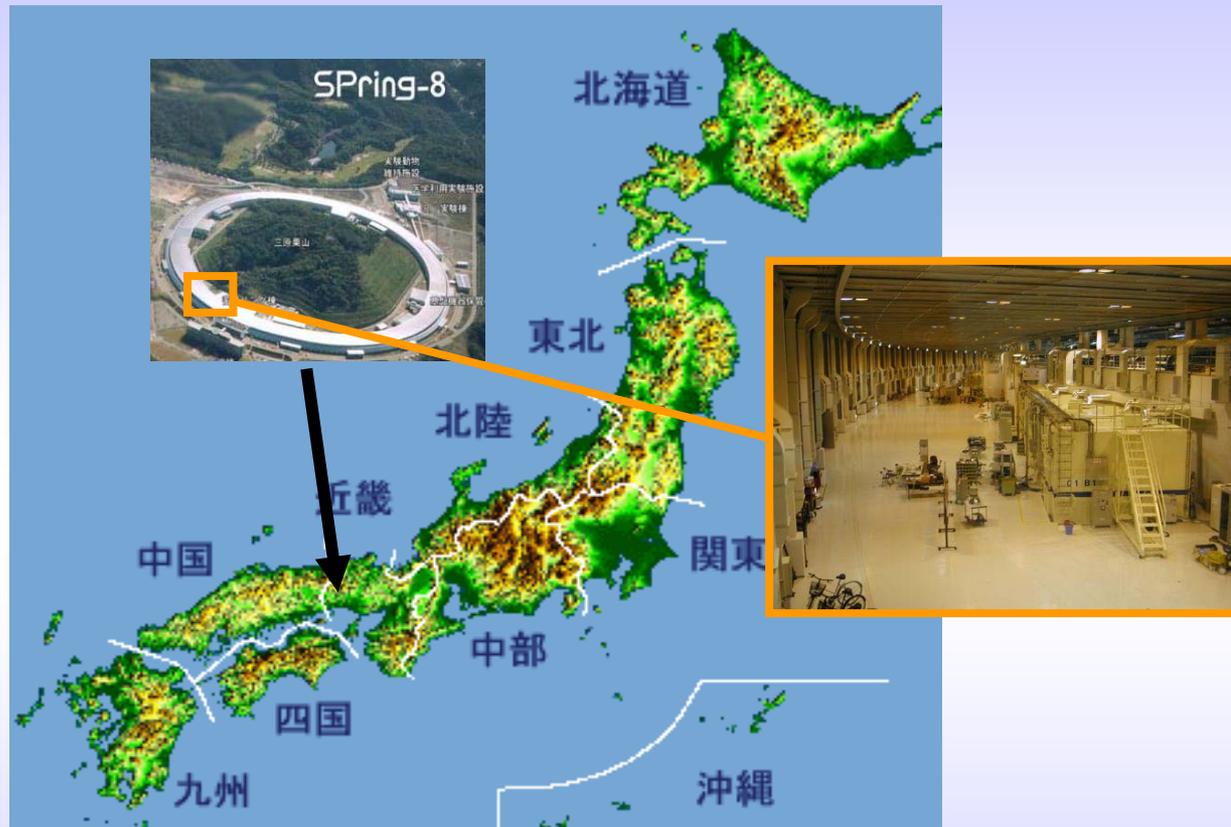


『Spring-8における材料評価の実際』

高輝度光科学研究センター 産業利用推進室
廣沢一郎

SPring-8の位置

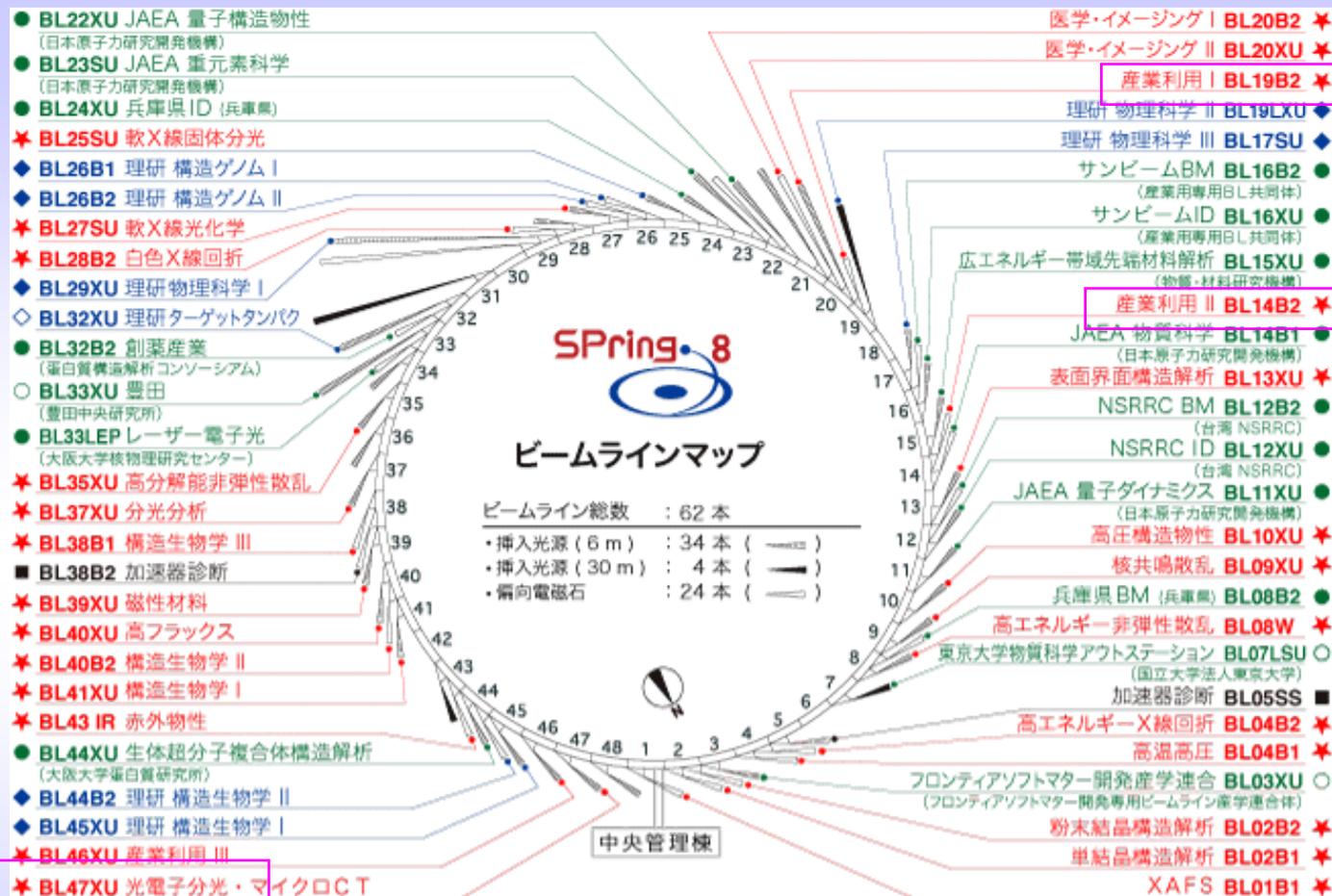
兵庫県西部(西播磨) 山陽新幹線相生駅より バス35-40分



大型放射光施設 (高輝度なX線源)
高輝度なX線を用いた研究、分析

SPring-8のビームライン

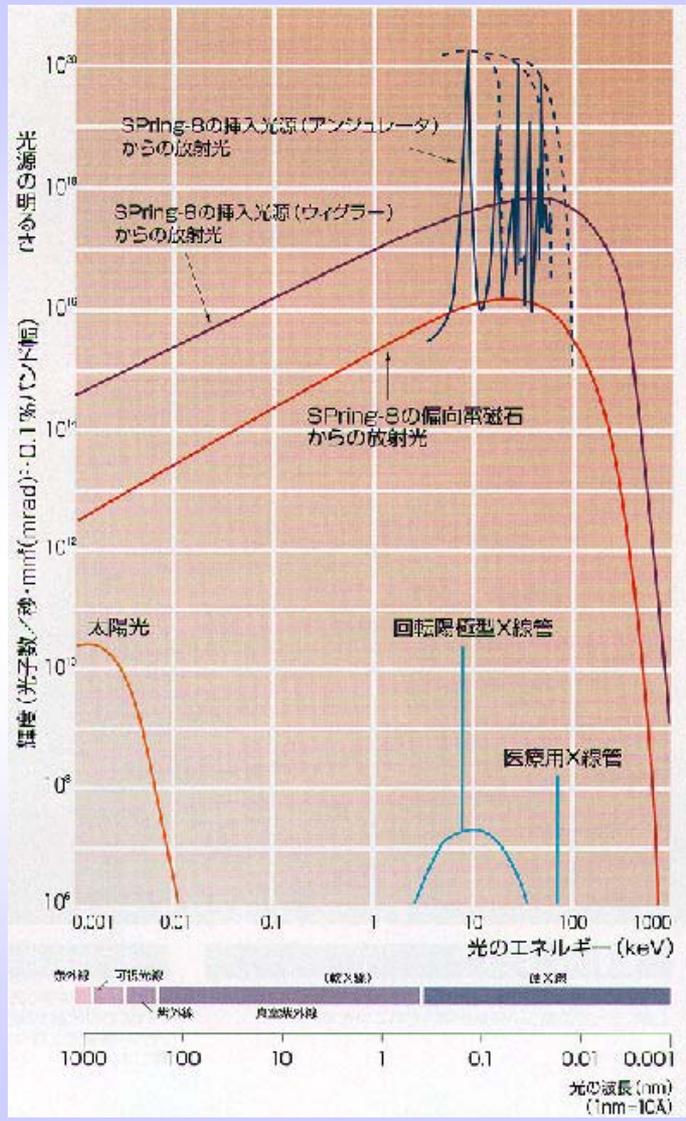
共用BL26本稼動中



- | | | |
|-----------------|--------------------|--------------|
| BL : ビームライン | IR : 赤外光 | ★ : 共用ビームライン |
| B1, B2 : 偏向電磁石 | LEP : レーザー電子光 | ● : 専用ビームライン |
| XU : X線アンジュレータ | LXU : 長尺X線アンジュレータ | ◆ : 理研ビームライン |
| SU : 軟X線アンジュレータ | LSU : 長尺軟X線アンジュレータ | ■ : 加速器診断 |
| W : ウィグラー | SS : 直線部 | |

SPring-8の放射光の特徴

高エネルギー & 高輝度



高エネルギー

物質の透過能高い
 重元素の吸収端を励起

高輝度

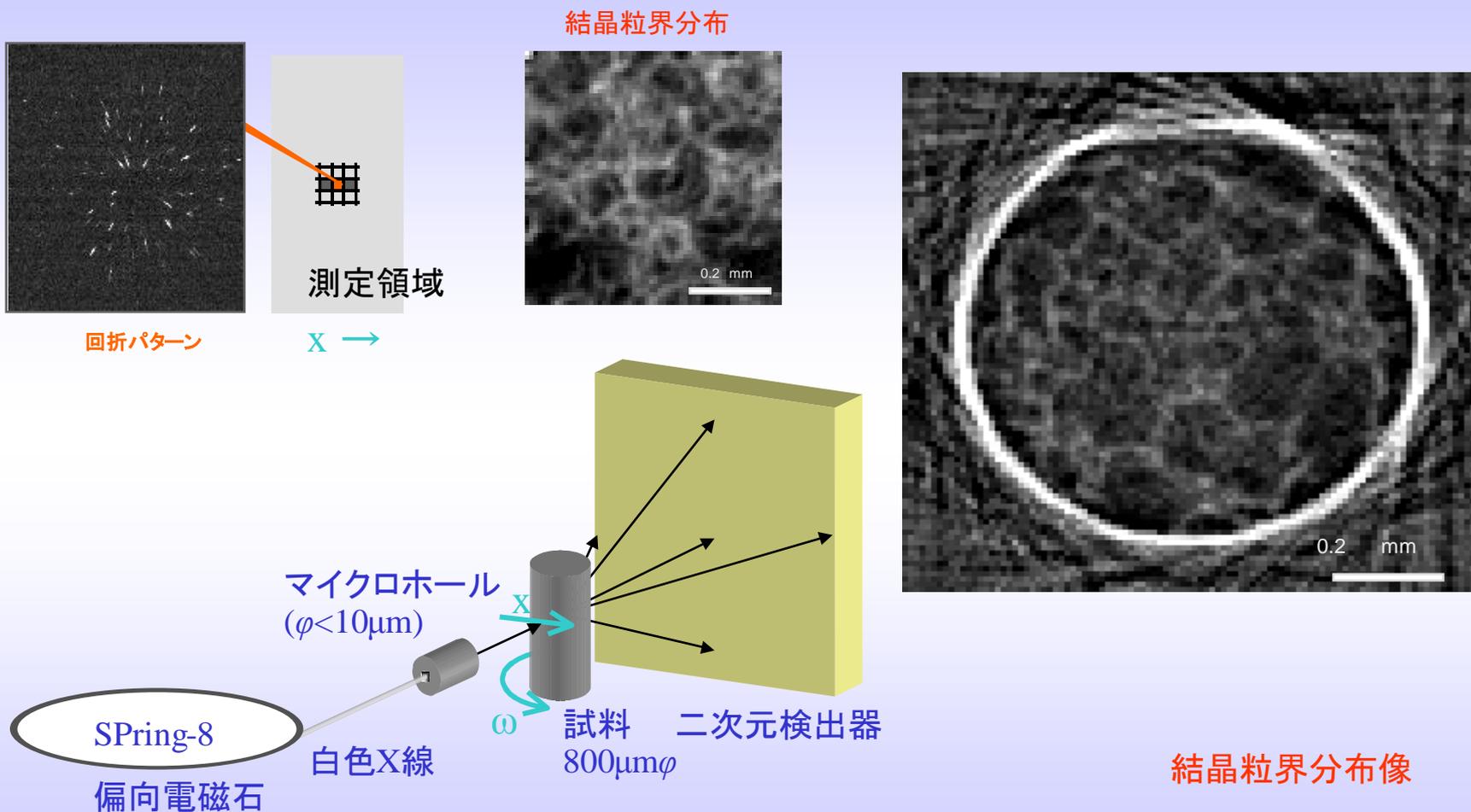
平行性高い (高い角度分解能)

明るい
 (微小域、微量、希薄、短時間測定)

高エネルギーX線の利用例(1)

鋼鉄丸棒内の結晶粒界観察

高エネルギーX線の透過性を利用して深部の知見を得る



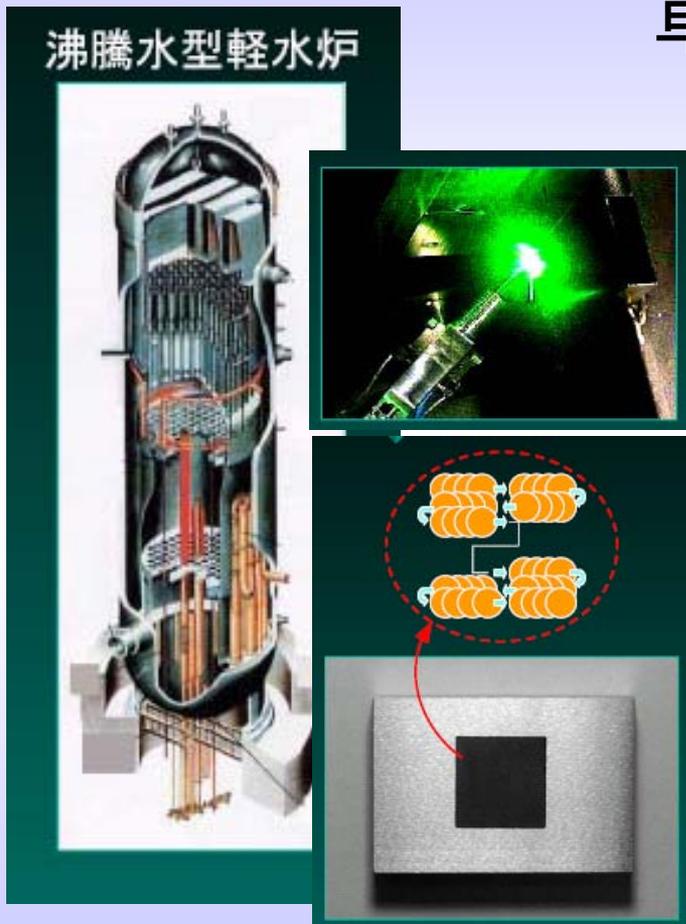
50KeV以上のX線回折 (BL28B2)

高エネルギーX線の利用例(2)

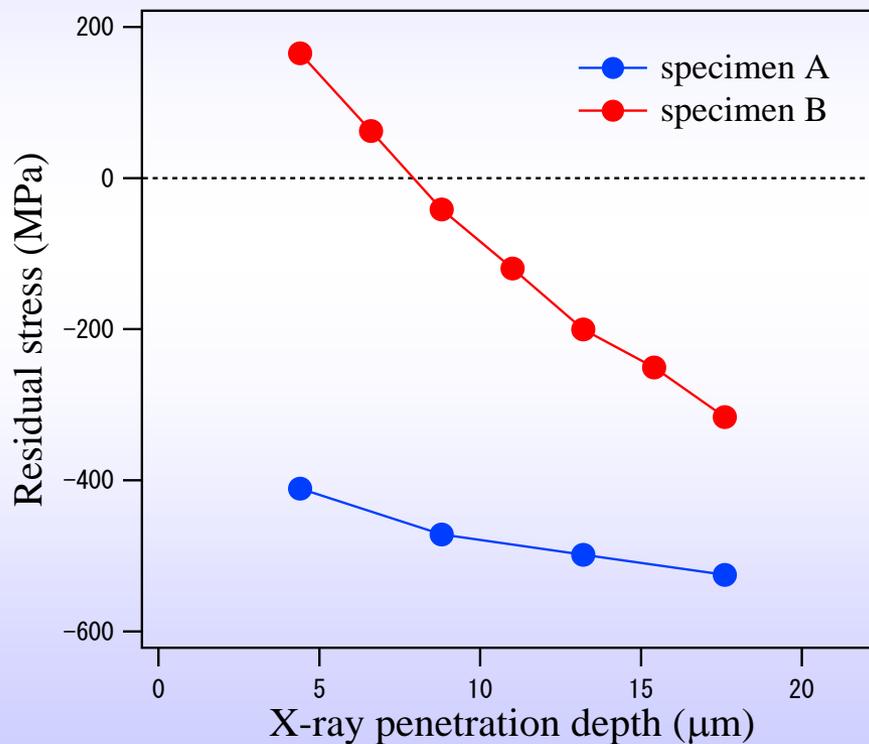
原子炉隔壁ピーニング処理部の残留応力

高エネルギーX線の透過性を利用して深部の知見を得る

単色30KeVでのX線回折 (BL19B2)



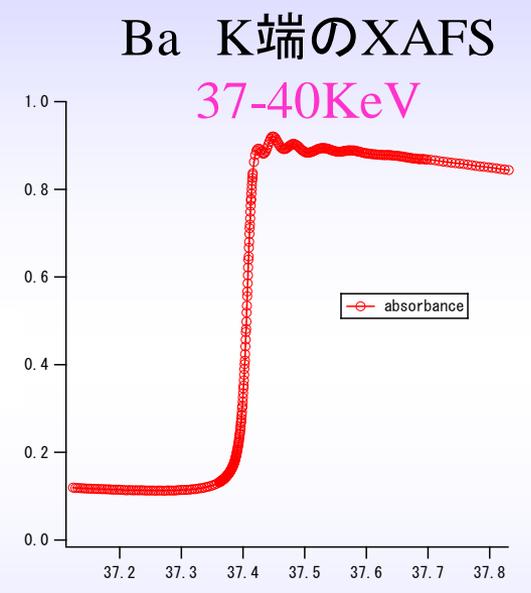
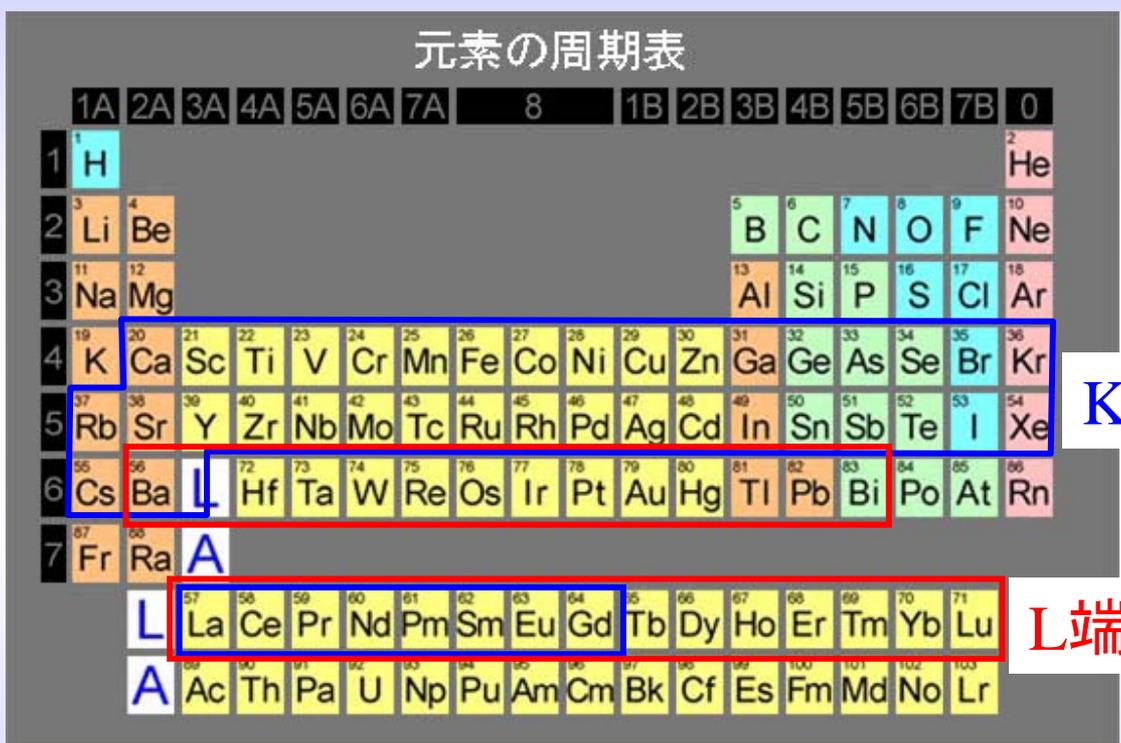
処理方法による残留応力深さ分布の違い



高エネルギーX線の利用例(3)

重元素のXAFS

重元素のK吸収端測定が可能



例: BaTiO₃では
BaのL端とTiのK端が近いため
K端での測定が有利

測定対象が広い

高輝度X線の利用例(1)

高分解能粉末X線回折

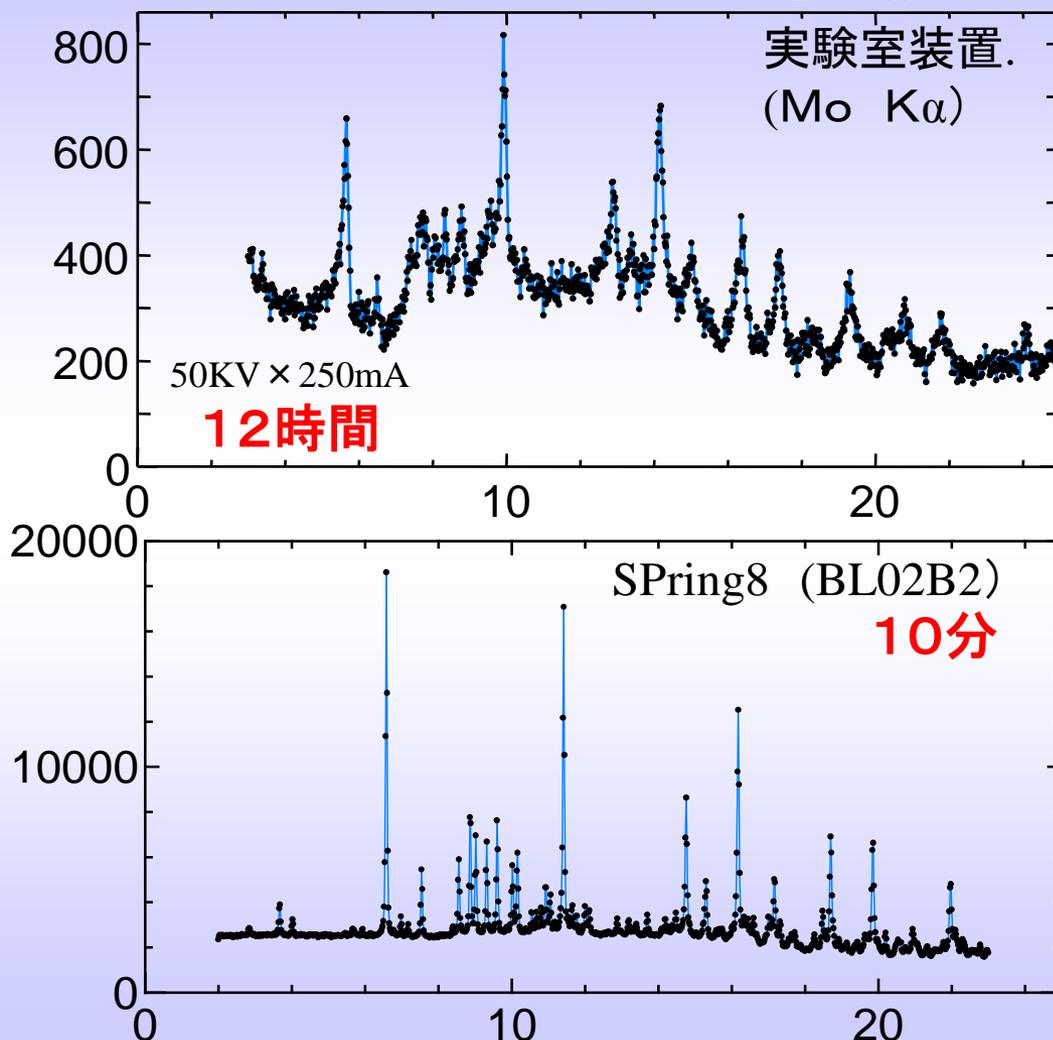
短時間で高精度の
粉末X線回折が可能

異常分散効果により
元素選択性が向上

7-35KeV
(Fe - Ba)

更なる高効率測定に向けて
自動試料交換装置開発中
(09年度より本格稼動、BL19B2)

同一試料での比較 ($\text{Yb}_{2.75}\text{C}_{60}$)

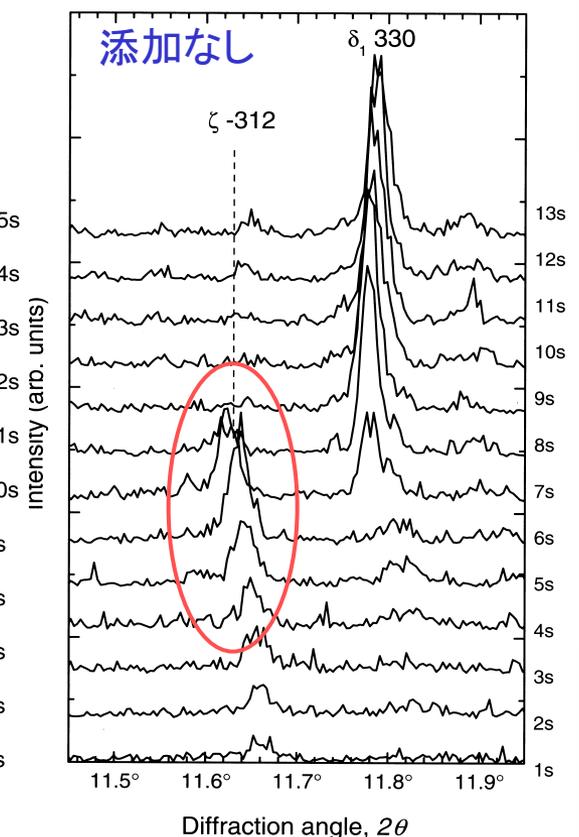
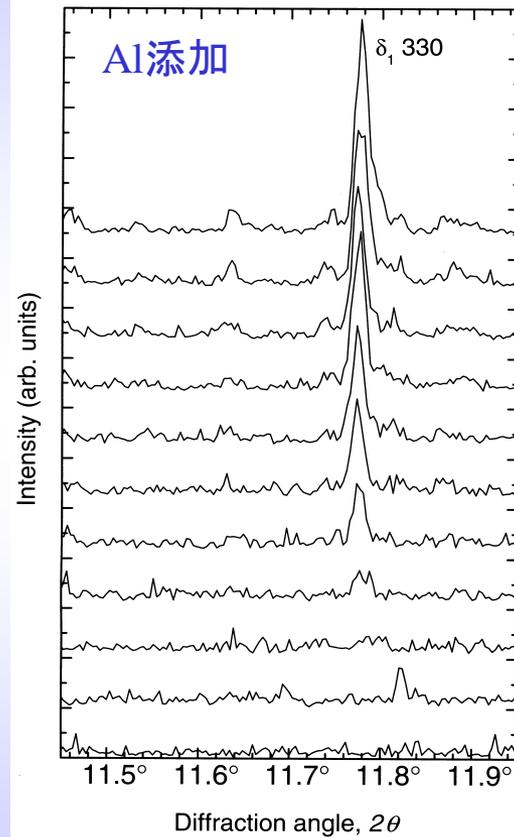
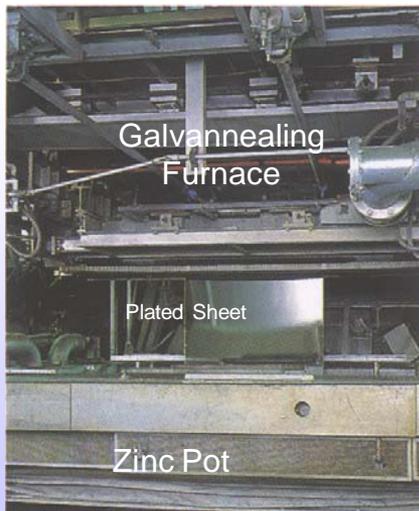
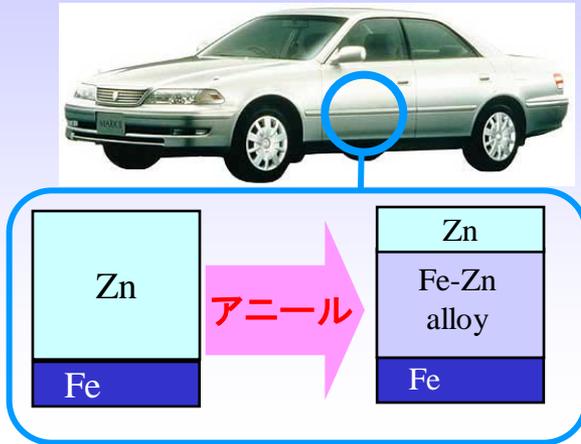


高輝度X線の利用例(2)

時分割測定: 亜鉛鍍金合金化過程のその場観察

高輝度X線回折によるその場観察(時分割)測定

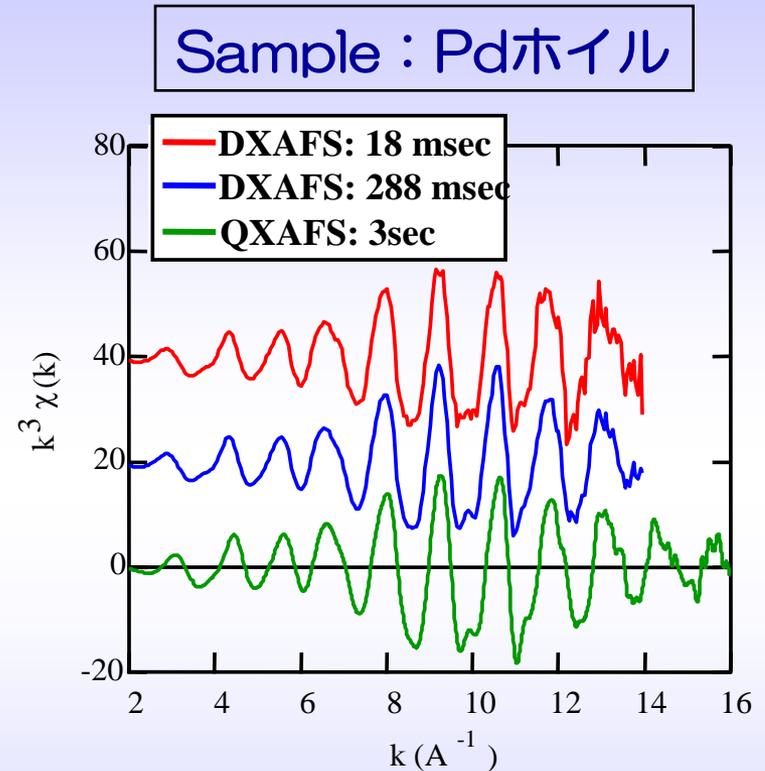
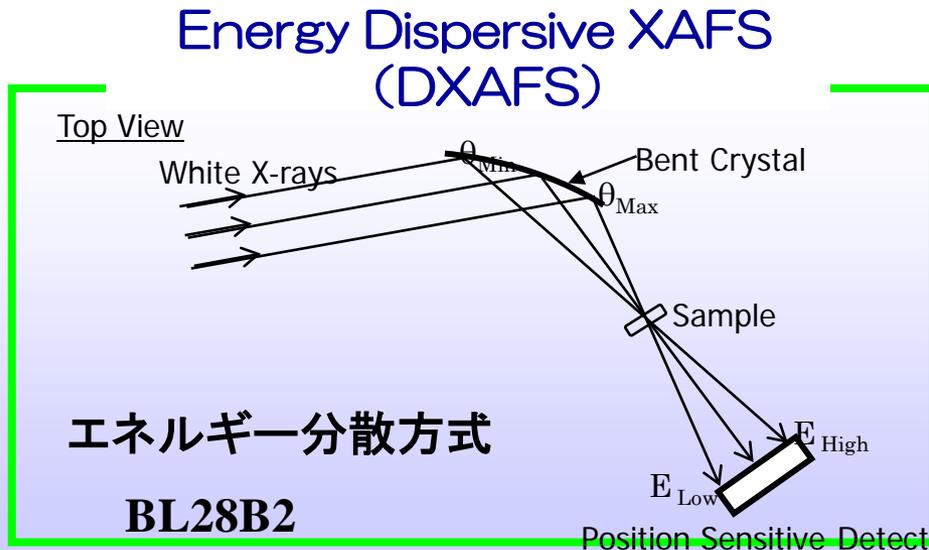
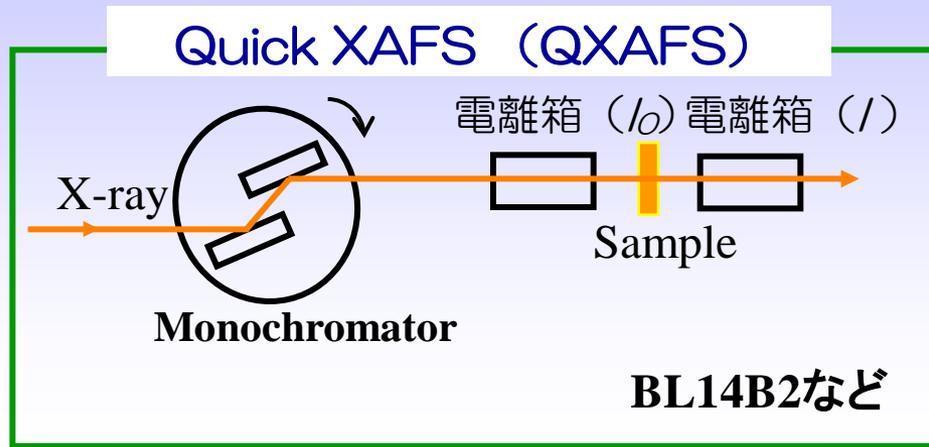
添加金属の合金化への影響 (BL19B2)



高輝度X線の利用例(3)

その場観察を目指した高速なXAFS測定

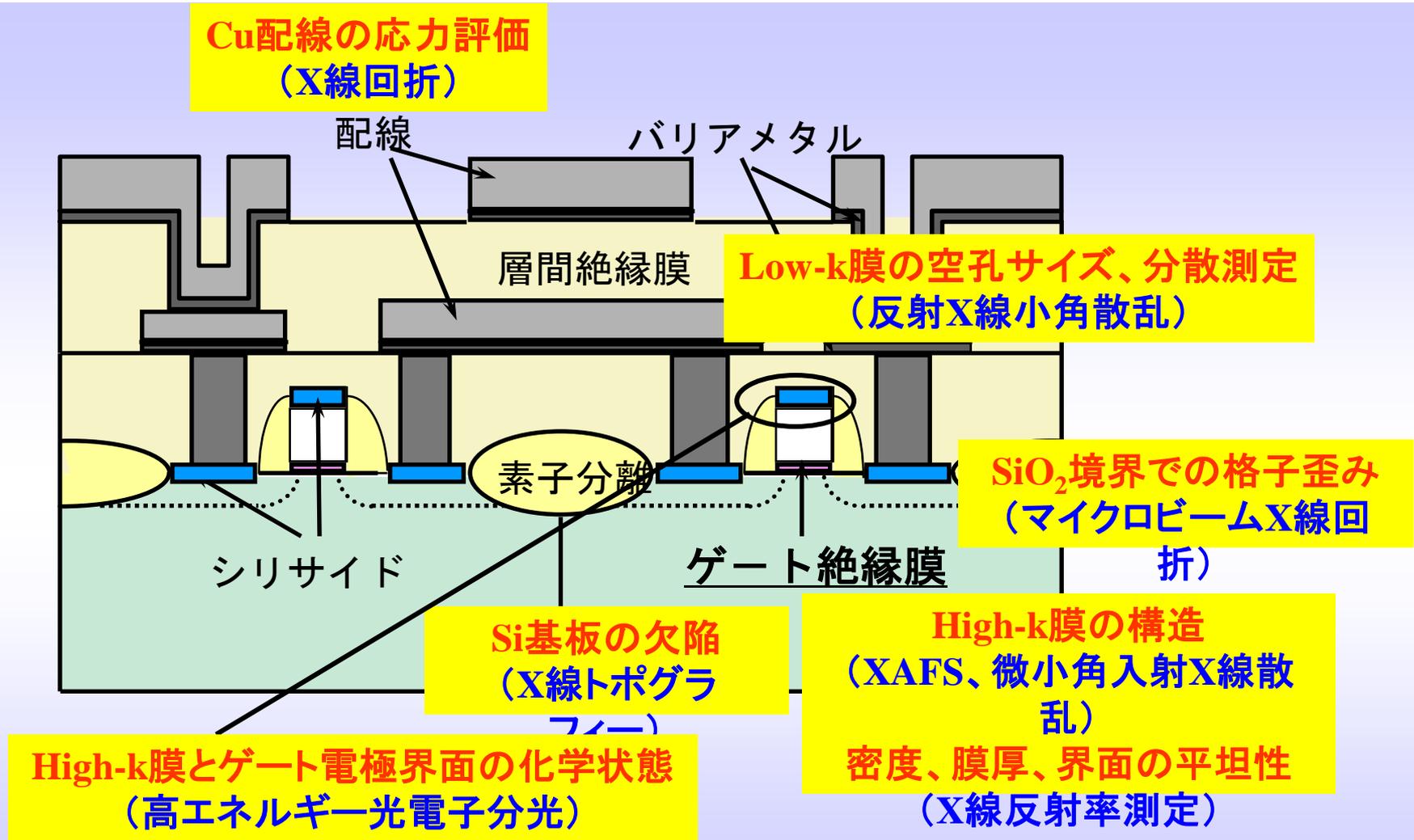
高輝度X線によるその場観察(時分割)測定



ガス雰囲気下での
In-situ測定にも対応

LSIでの放射光利用

SPring-8での利用事例

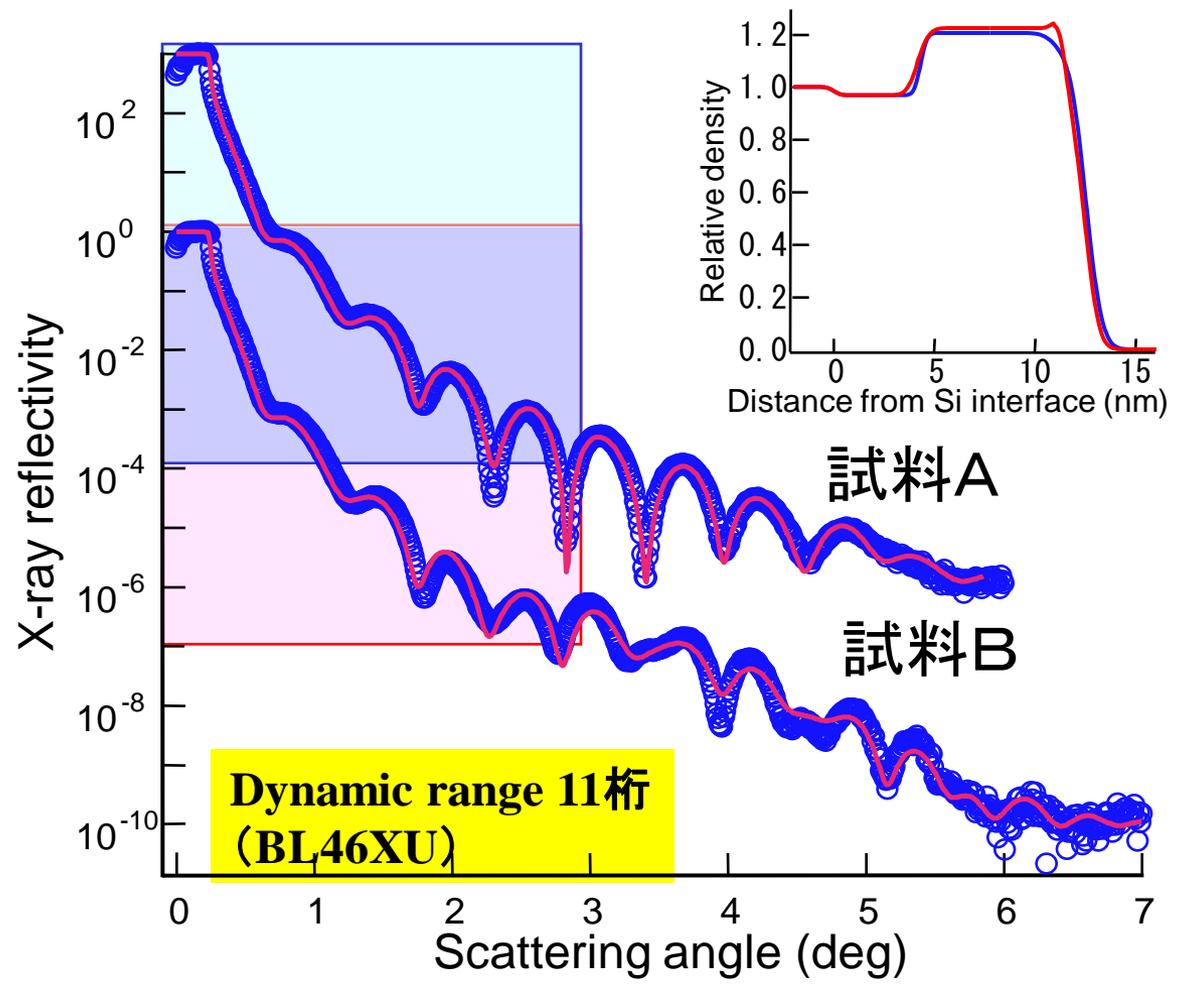
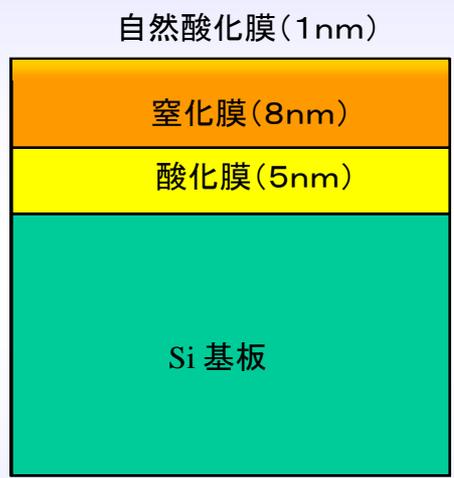


高輝度・高エネルギーの特徴を活かした利用

LSIでの放射光利用(1)

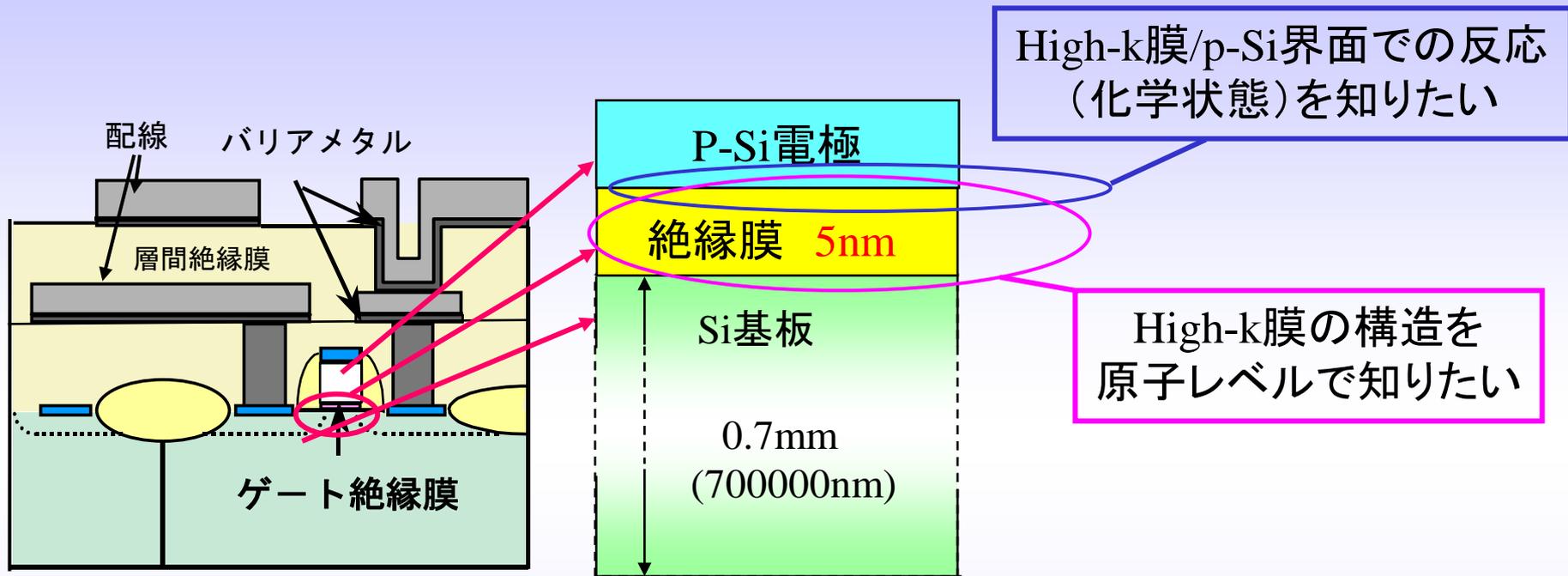
酸窒化膜のX線反射率測定: 高輝度光による測定

特性の異なるCVDで形成したLSI用酸窒化膜の評価



LSIでの放射光利用(2, 3)

High-k ゲート絶縁膜の界面状態と膜構造

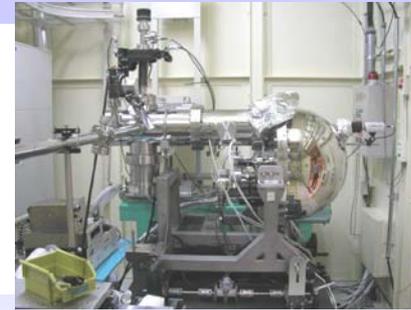
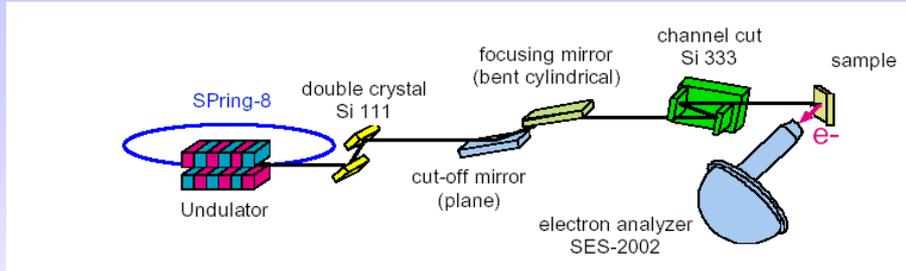


化学状態 : XPS 表面敏感な分析法 (埋もれた界面は困難)

構造 (非晶質) : EXAFS 近接原子のみを観測 (最近接は酸素、組成の違い見えず)

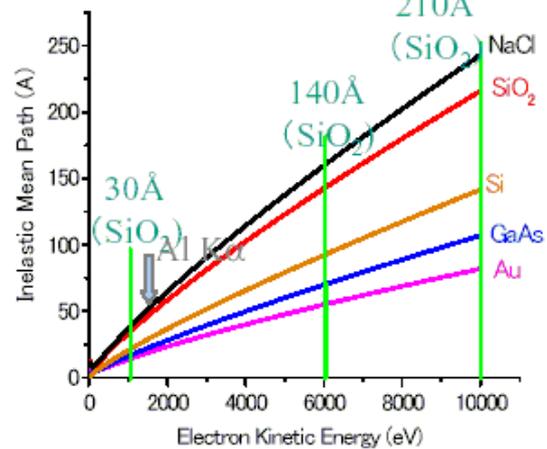
LSIでの放射光利用(2)

高エネルギー光電子分光: 高輝度硬X線の活用



$$E_{\text{kin}} = h\nu - \phi_B$$

光電子脱出深度のX線エネルギー依存



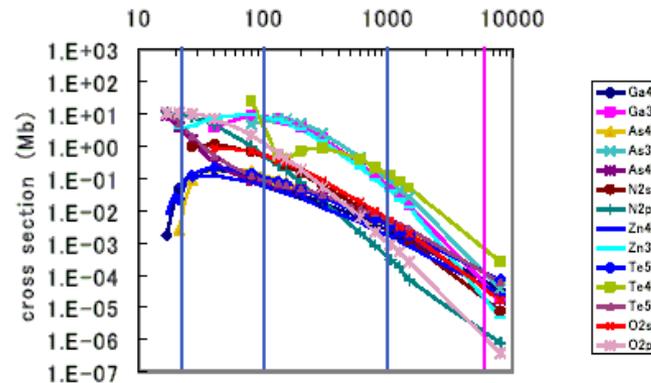
X線エネルギーが高い

光電子の運動エネルギーが高い

脱出深さが大きい

物質深部の情報を得る

光イオン化断面積のX線エネルギー依存

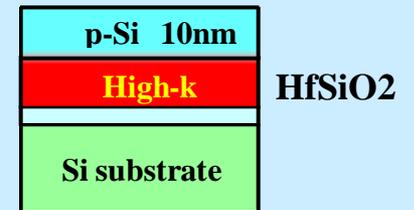


X線エネルギーが高い

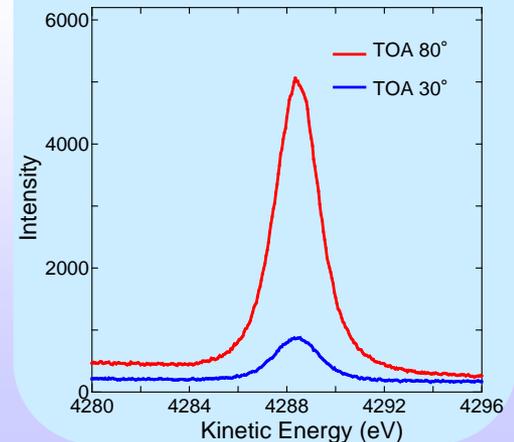
光電子の発生が少ない

高輝度光源で克服

10nm下を観測



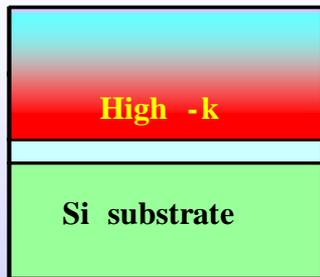
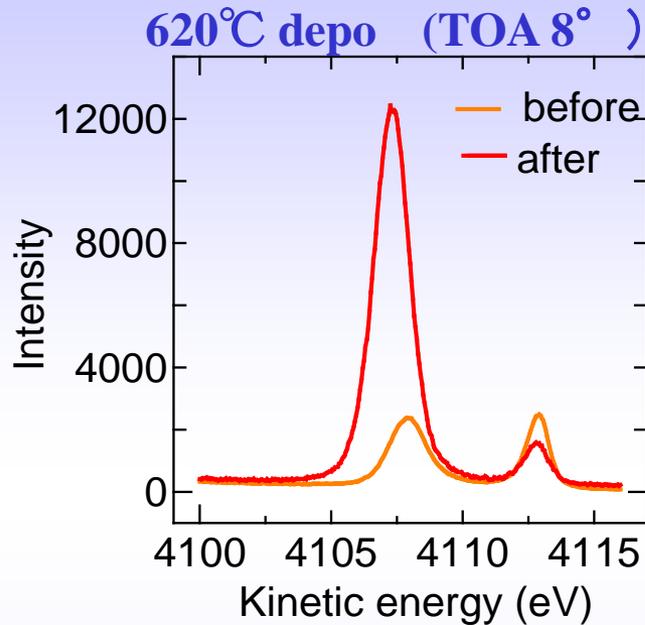
Hf 3d スペクトル



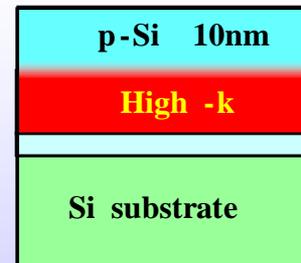
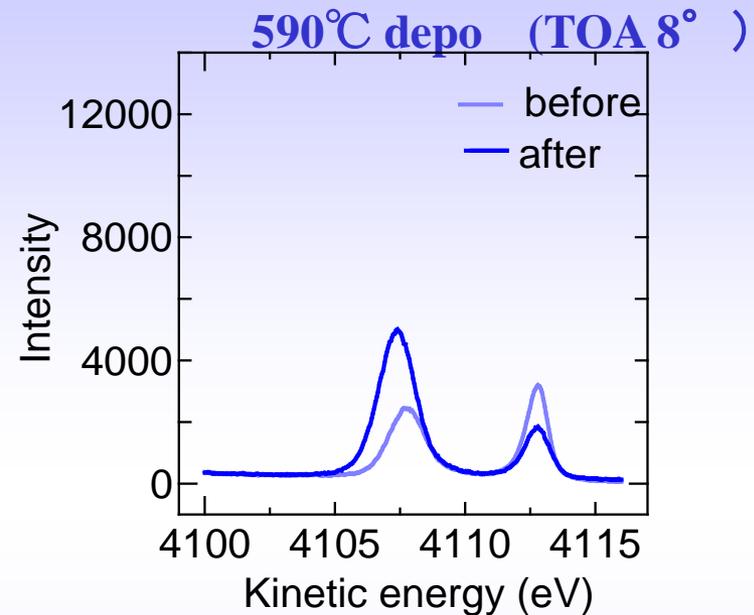
LSIでの放射光利用(2)

高エネルギー光電子分光による界面反応の検討

RTA (活性化処理) 前後のSi 1Sスペクトルの変化



High-kからp-Siに酸素拡散
接合界面破壊



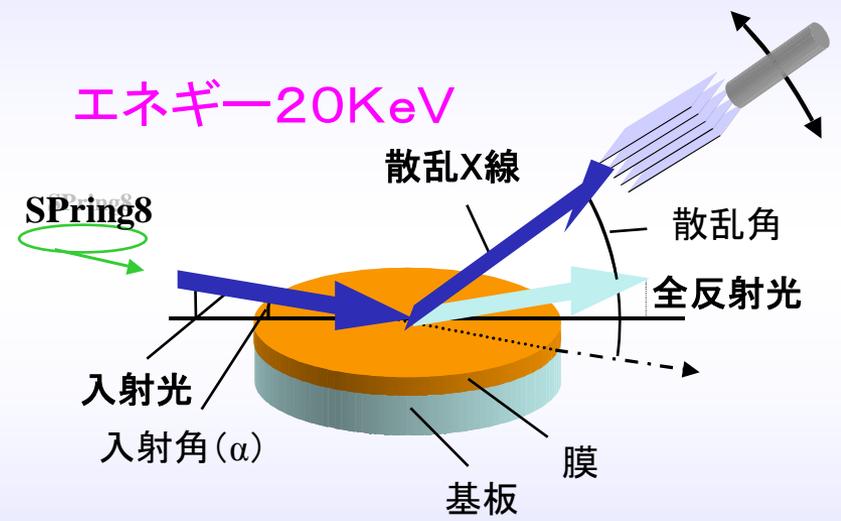
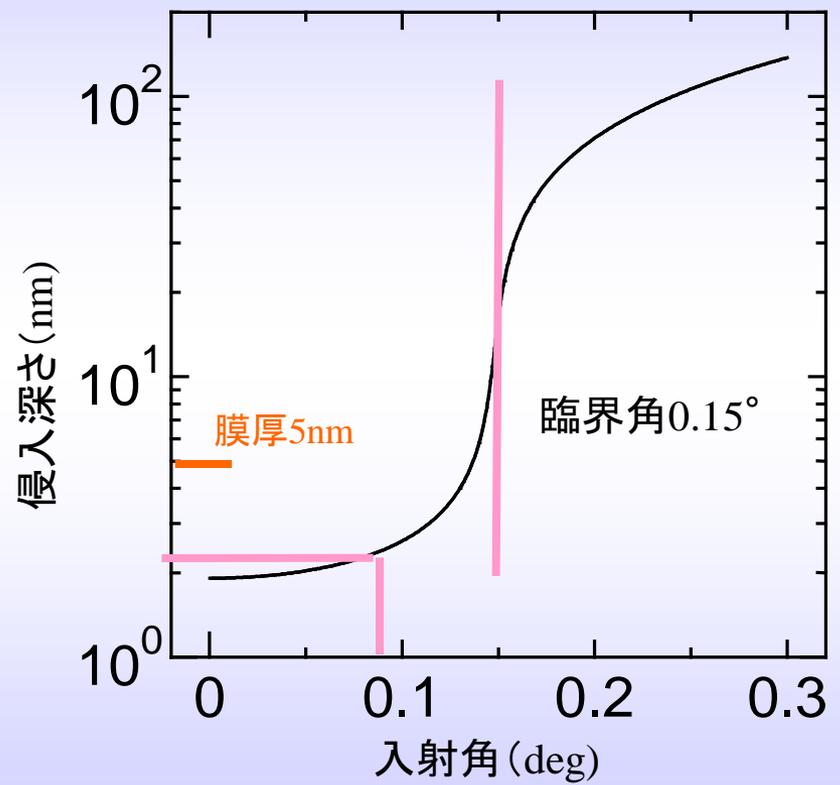
接合界面良好

LSIでの放射光利用(3)

GIXSによる非晶質薄膜評価：高輝度光による精密な入射角制御

入射角を臨界角未満にして、基板からの散乱を抑制

Hf_{0.74}Si_{0.26}O₂のX線侵入深さ



エネルギー20KeV

入射角0.08°

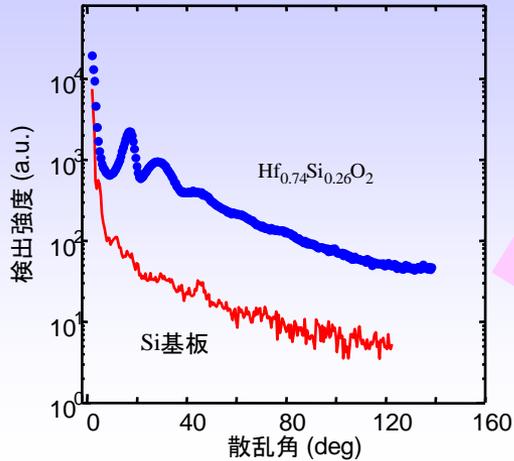
侵入深さ約2.2nm

電場強度総和 基板/膜 < 0.05

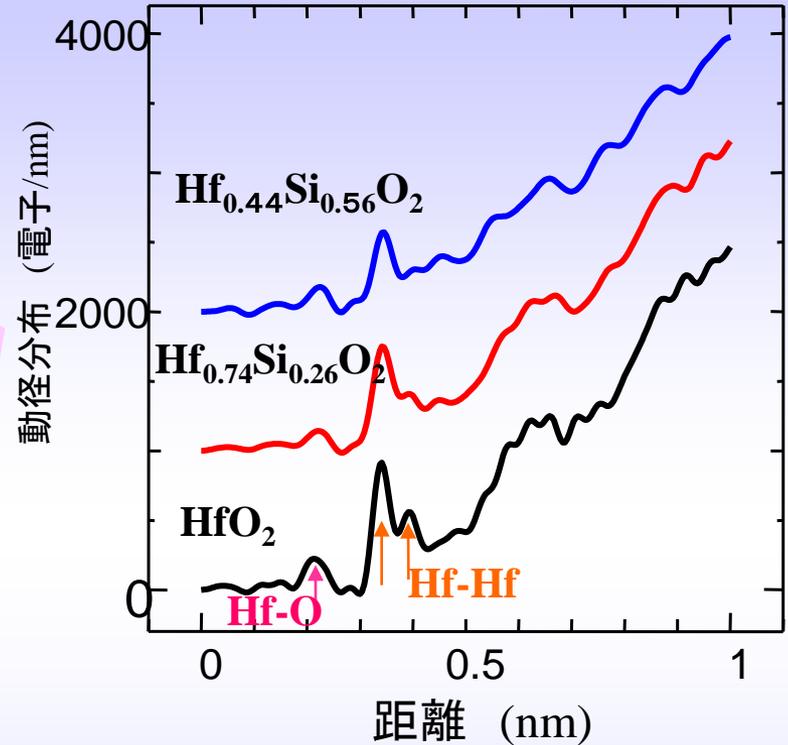
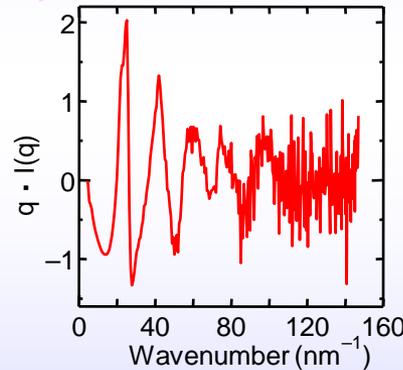
LSIでの放射光利用(3)

非晶質薄膜の構造検討: 高輝度・高エネルギーの活用

膜からの散乱を明瞭に観測



Si基板由来の散乱の抑制に成功

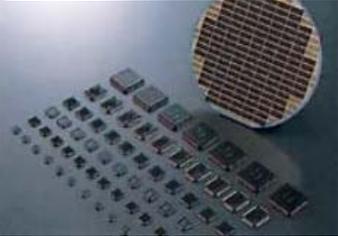


厚さ5nmのシリケート膜の構造の違いを観測
(XAFSでは違いが不明瞭)

透明導電膜 (IZO)、反射防止膜 (SiO_x)、被覆膜 (DLC) 等にも適用

エレクトロニクス

- LSI
- DVD,CD
- FPD
- HD(HDD)



- 繊維
- ゴム
- 触媒

素材
金属、高分子、建材

- 鋼材
- 建材
- 工具



環境・エネルギー



- 燃料電池
- 環境分析
- 触媒

製薬・生活用品



- 医薬・原薬錯体
- シャンプー、歯磨き
- 化粧品

約170社/年

小はLSIから、大は構造材料まで
軟は化粧品から、硬は切削工具まで

幅広い産業分野で活用中、斬新な利用提案を歓迎

SPring-8を利用するには

成果非専有利用（一般課題、重点産業利用課題等）

利用料金無料（使用量に応じた消耗品代金が別途必要）

報告書提出必要

原則 年2回のテーマ募集と審査

（重点産業利用課題）

産業分野の利用促進が目的

学術的先進性よりも産業への寄与を重視した審査

年4回募集

成果専有利用

有料利用（8時間 48万円）

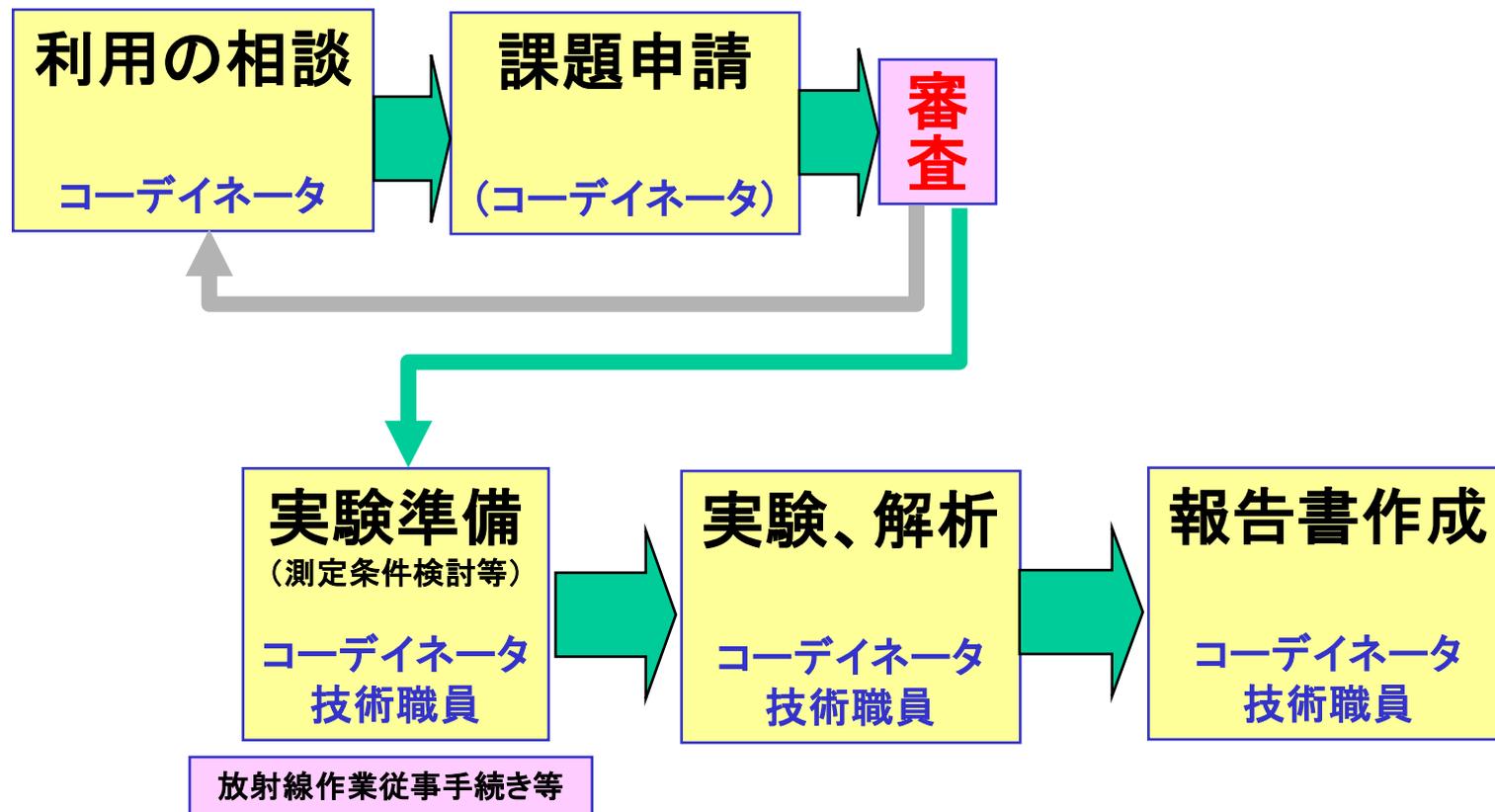
報告の必要なし

随時受け付け（ただし、年2回の募集時以外は料金1.5倍）

（測定代行）

XAFSに限り、2時間18万円を単位に随時受付

SPRING-8ご利用までの流れ



09A期課題申請募集中 12/11 10:00締切

担当コーディネータ

蛍光X線分析担当	二宮利男	ninomiya@spring8.or.jp	0791-58-0963
電子材料担当	古宮聰	komiya@spring8.or.jp	0791-58-0935
半導体材料担当	渡辺義夫	y.wata@spring8.or.jp	0791-58-2804
金属材料担当	橋本保	hashimot@spring8.or.jp	0791-58-0991
無機材料担当	梅咲則正	umesaki@spring8.or.jp	0791-58-0834
触媒担当	杉浦正治	sugiuram@spring8.or.jp	0791-58-2706
高分子材料担当	堀江一之	horiek@spring8.or.jp	0791-58-2847
生体物理担当	八田一郎	hatta@spring8.or.jp	0791-58-2854

09A期課題申請募集中 12/11 10:00締切