

5 住友電工ビームライン (BL16、BL17 ; 住友電気工業株式会社)

1. はじめに

住友電気工業株式会社 (以下、当社) では、材料の原子レベルでの分析や製造プロセスのその場評価など、放射光を用いた高度な解析技術を積極的に活用し、光ファイバ、切削工具、超電導線材、化合物半導体デバイスなど各種製品の開発や信頼性向上に役立ててきた。これを更に推し進めるには、放射光を用いた分析を日常的に利用できる環境整備が必要と考え、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター (以下 SAGA-LS) に住友電工ビームラインと称した、当社グループ専用のビームライン (以下、BL) を建設し、2016年11月から社内の実際の製品開発やものづくりの課題解決に活用している。

2. ビームラインの構成と主な仕様

当社製品には軽元素から重元素まで多様な元素が用いられている。そこで、住友電工 BL では Li より重い全ての元素の XAFS 測定が実施できるように、ウィグラを光源とする硬 X 線用 (BL16) と偏向電磁石を光源とする軟 X 線用 (BL17) の 2 本立ての構成とした。これにより、X 線エネルギーとしては 50 eV~35 keV をカバーしている。

各 BL の基本仕様を表 1 に、平面図を図 1 に、各

BL で実測したフラックスを図 2 に示す。

3. ビームラインの整備

前述のように、住友電工 BL は 2016 年の 11 月から実際の製品の分析に利用開始しているが、これと並行して、立上げ時に実施できていなかった機器類の調整や使い勝手の向上を目指した機器の整備を進めてきた。

2017 年度には、基幹部や輸送部の改造等は実施していないが、以下の 2 件の整備を行ない、実際の測定に供している。

3-1. 大気非暴露搬送用ベッセル (BL17)

触媒をはじめとして、大気暴露により、表面の組成や構造が大きく変化する試料については、材料を作製する社内の実験室や設備から、SAGA-LS の測定機器まで、大気に曝すことなく、真空若しくは不活性ガス雰囲気下で搬送することが重要である。

特に極表面の分析では、この大気暴露の影響が大きいため、軟 X 線を用いる BL17 の測定チャンバーは、大気非暴露で試料を搬送するベッセルとの接続が可能な構造とし、搬送用ベッセルを製作していた。しかし、当初のベッセルは非常に大きく、持ち運び

表 1 住友電工ビームラインの仕様

	BL16 (硬 X 線 BL)	BL17 (軟 X 線 BL)
光源	4T 超伝導ウィグラ	偏向電磁石
分光器	二結晶分光器 : Si111 / Si311 / InSb111	可変偏角型回折格子分光器 : 400/1000/1400/2200 Lines/mm
エネルギー範囲	2 keV ~ 35 keV	50 eV ~ 2000 eV
光子数	~10 ¹⁰ photons/s @ 10 keV	~10 ⁹ photons/s @ 600 eV
エネルギー分解能	E/ΔE > 5000 @ 10 keV	E/ΔE > 3000 @ 400 eV
ビームサイズ	1 mm (水平) × 0.2 mm (垂直)	1 mm (水平) × 0.05 mm (垂直)
測定装置	X 線回折、小角散乱、 XAFS (透過/蛍光/転換電子/試料電流)	XPS、XAFS (蛍光/試料電流)

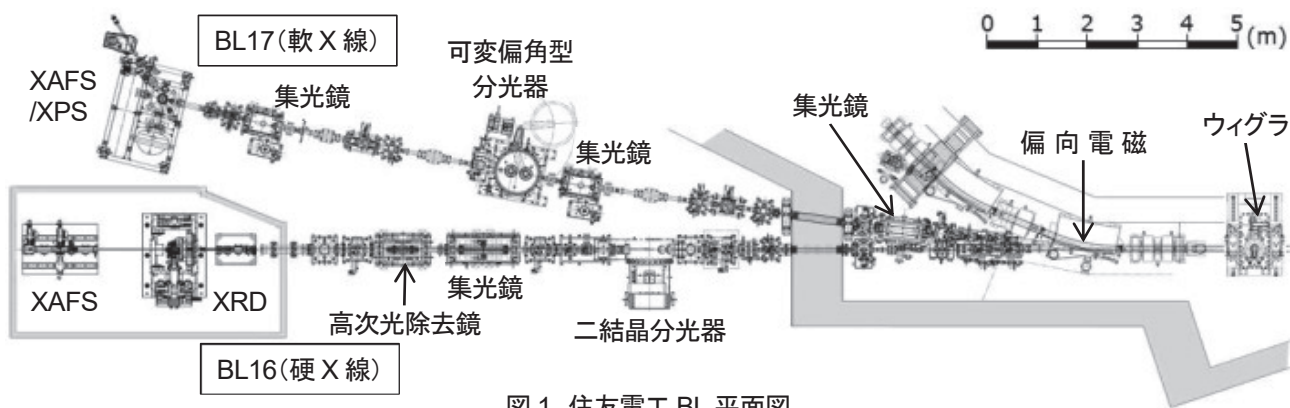


図1 住友電工 BL 平面図

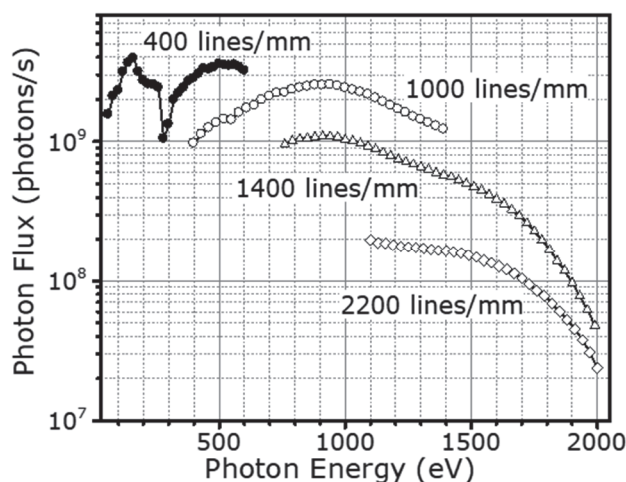
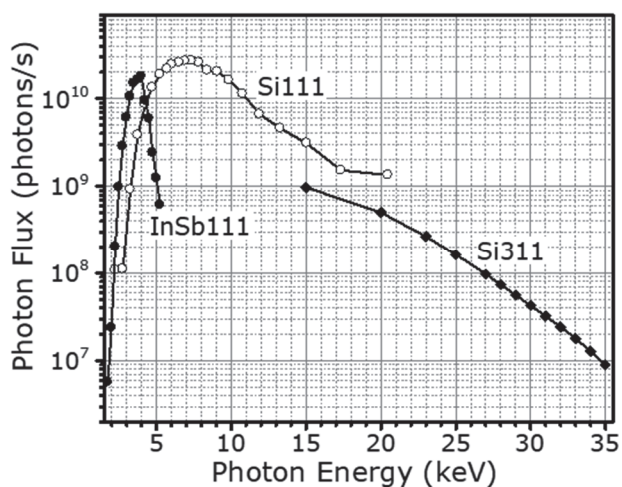


図2 各BLのフラックス。左:BL16、右:BL17

やグローブボックスへの出し入れが難しいものであった。

このため、SAGA-LSのBL12で利用されているベッセルを参考として、真空光学(株)に小型のベッセルを作製させた。

図3にベッセルの外観を示すが、全長400mm弱とコンパクトであり、持ち運びやグローブボックスへの出し入れが容易となった。



図3 新たに作製した大気非暴露試料搬送用ベッセル

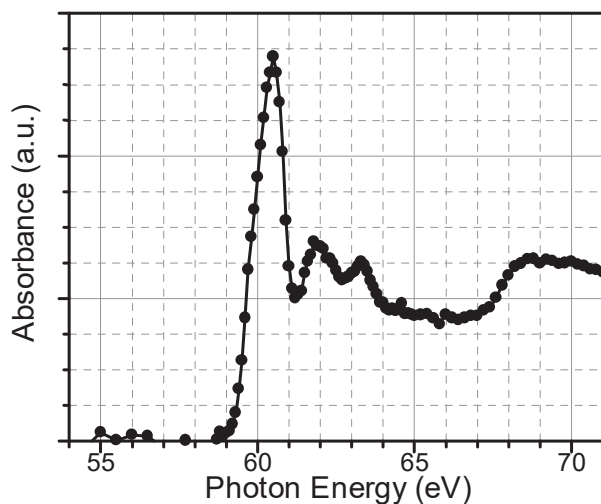


図4 大気非暴露で搬送し、測定した塩化リチウム中のリチウムのXAFSスペクトル

この搬送ベッセルを用いて、塩化リチウム(LiCl)の顆粒状試料を大気非曝露で測定チャンバーに搬入し、Li-K 端 XANES スペクトルを測定した。LiCl は潮解性があるが、図 4 に示す通り、明瞭なスペクトルが得られており、大気中の水分の影響を排除して測定できることを確認した。

3-2. XAFS 測定用 He チャンバー (BL16)

BL16 は 2 keV~35 keV の X 線が利用できるように設計されている。このうち、低エネルギー側は、大気中での減衰が大きいため、He 雰囲気若しくは真空中で XAFS 測定を可能とするチャンバーが必要となる。

当社では、このようなチャンバーの設計、或いは利用の実績が乏しかったため、まず BL の稼働時に簡易的なチャンバーを製作して様々な測定を実施してその有用性を確認した。更に、測定の経験を積んだうえで、必要とする機能に絞った He 雰囲気での XAFS 測定用のチャンバーを設計・製作した。

図 5 (上) に設置したチャンバーの外観を示す。測定チャンバーはイオンチャンバーを介してビームダクトと直結しており、この部分は全て He ガスで満たされるように設計し、窓を一切透過しない構造としている。なお、上述の構成のため、イオンチャンバーのガス種は He100%に限定している。

測定チャンバーの内部を図 5 (下) に示す。試料は並進 2 軸と回転機構を持つ試料台に取り付けられる。試料台は銅 / アルミニウム / グラファイト製の 3 種を試料や測定元素により、使い分けている。試料の上流側には、転換電子検出用の電極、また、光軸と垂直な方向に単素子 SDD をそれぞれ配している。これらにより、全電子収量法および蛍光法での XAFS 測定を可能としている。

図 6 はこのチャンバーを用い、全電子収量法で測定した銅合金中に 0.2%含まれているリンの K 端 XAFS スペクトルである。このエネルギー領域の比較的濃度の低い元素でも良好なスペクトルが得られている。

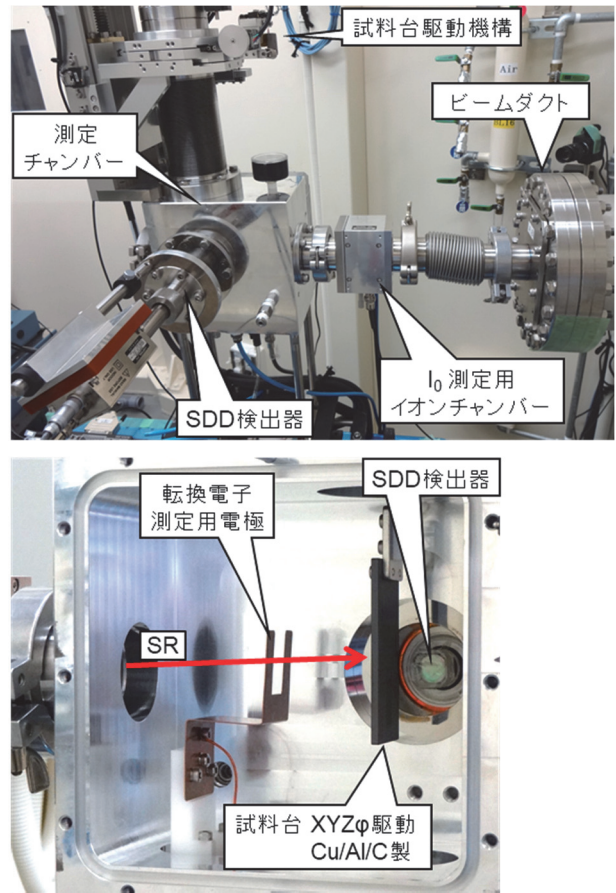


図 5 He チャンバーの外観(上)および試料周り(下)

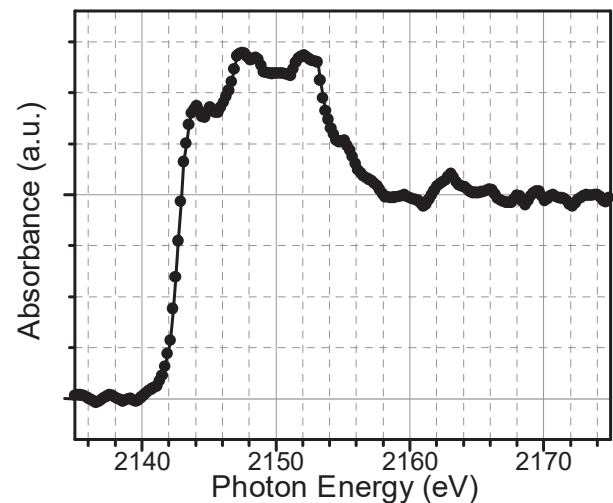


図 6 銅合金中のリンの XAFS スペクトル

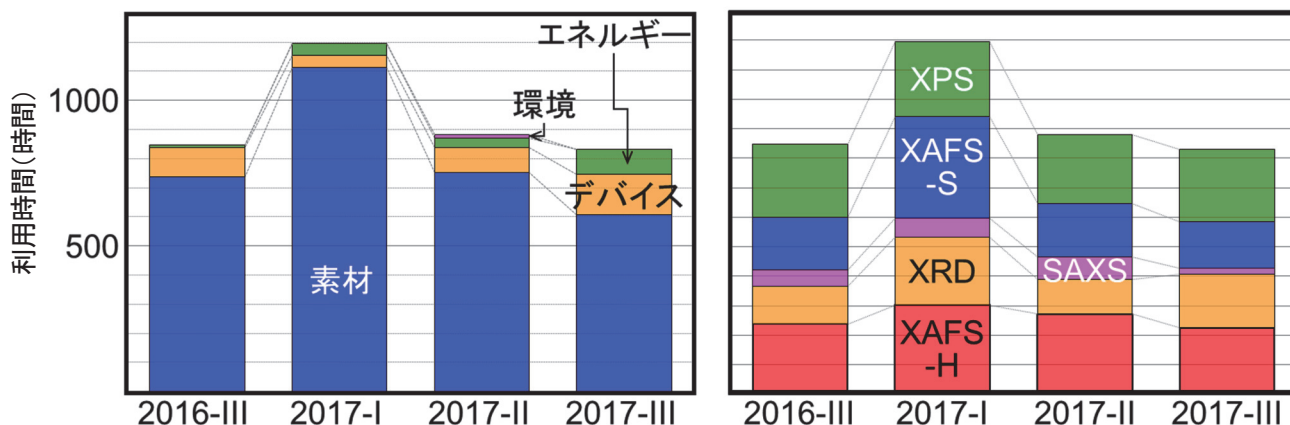


図7 住友電工 BL の利用状況(BL16・BL17 の合計時間)

4. 利用の状況

住友電工ビームラインでは、成果非公開で利用実験を行っていること、利用開始から日が浅いことから、論文や学会発表、プレスリリース、特許などの対外的な成果はまだ出ていない。

図7に本格的に実製品等への適用を開始した2016年度第III期からの利用状況を示す。

利用分野としては、当社グループの製品構成から、素材関係が圧倒的に多い。但し、各種の電線や電池用部材などのエネルギー関係、通信用を主とした化合物半導体デバイス関係の利用も徐々に増えてきている。

利用手法については、BL16では、XAFS利用が半分から2/3、残りが回折利用であり、小角散乱は期によるばらつきが大きい。一方のBL17については、XAFSとXPSの利用がほぼ半々となっている。

5. 今後の計画

今後の整備について、基幹部や輸送部の改造は大掛かりになるため、当面は考えていない。一方で測定機器や制御ソフトについては、使い勝手の向上、測定手法切替時の効率化を計るとともに、その場測定環境の整備などプロセスの評価を可能としていく予定である。

これらの整備を行うことで、社内の様々な問題解決にBLを更に有効活用していく。

6. 結言

2016年11月に稼働した住友電工ビームラインは

SAGA-LSのスタッフの方々の協力を得て、1.5年間、順調に稼働している。この場をお借りして謝意を表したい。今後も、更なる環境の整備を行ない、社内の諸問題の解決に活用していく。

住友電気工業株式会社

山口浩司、飯原順次