

## 試料前処理

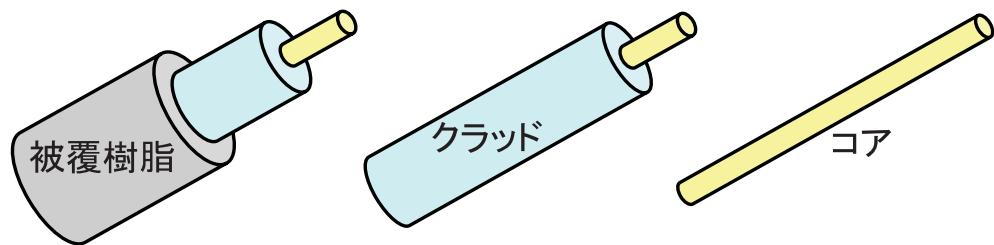
19

放射光は高感度・高精度分析が可能であるが、  
適切な前処理を施した試料にのみ可能

今回の試料

Er濃度はコア部分で 100ppm（測定可能な濃度）  
ファイバ全体で見ると1ppm以下（測定は相当困難）

前処理：実ファイバからコアを抽出

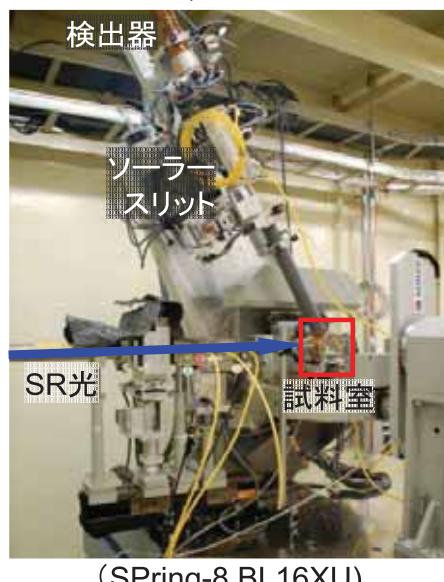


 SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD. Ingenious Dynamics

## X線散乱測定

20

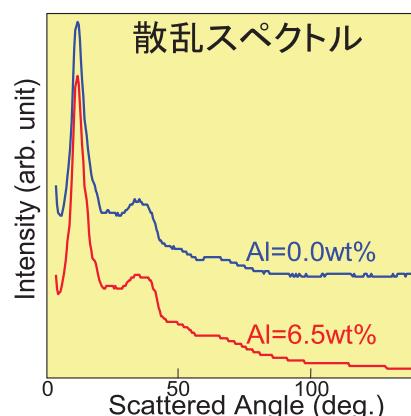
測定装置・配置



 SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

測定条件

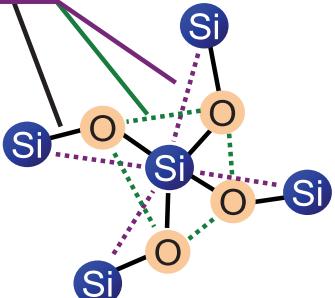
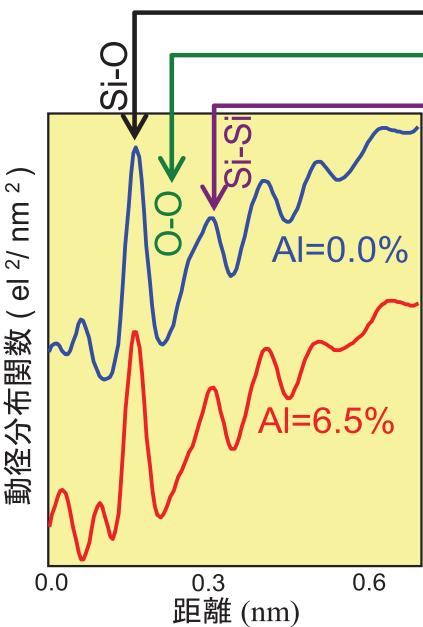
X線エネルギー 15keV  
測定範囲 1~140°  
測定時間 ~3時間



Ingenious Dynamics

## X線散乱の解析結果

21



動径分布に大きな差はない  
ガラス全体の構造は  
大きくは変わらない

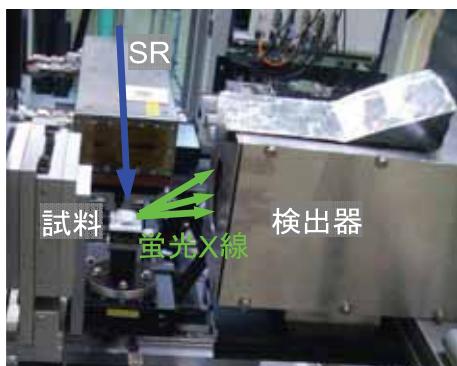
SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

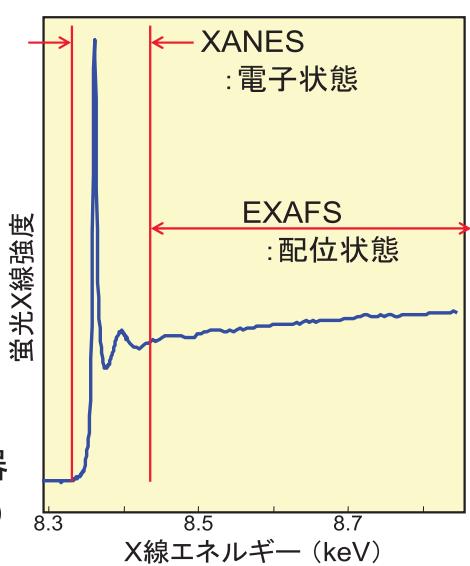
## X線吸収測定

22

### 測定装置・配置



### Er 吸収スペクトル



### 測定条件

検出器: 多素子高感度X線検出器  
19素子SSD、7素子SDD

測定時間: ~4時間/試料

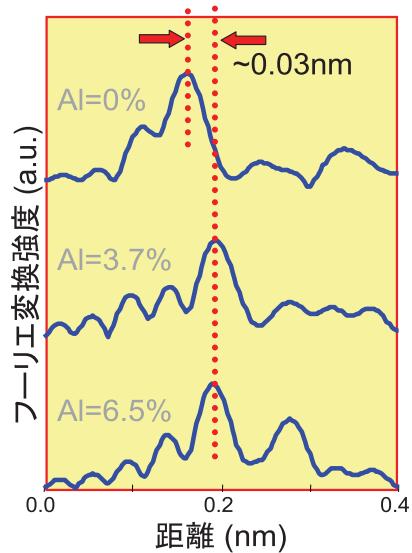
SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

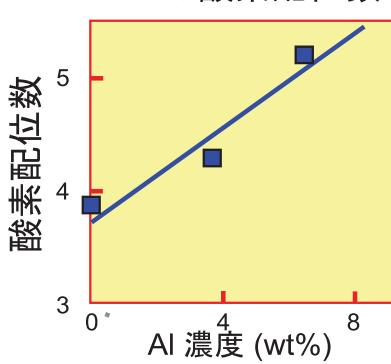
## X線吸収の解析結果

23

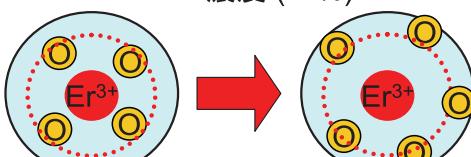
Er-O 結合距離



Erへの酸素配位数



AI添加によりErへの酸素配位に変化



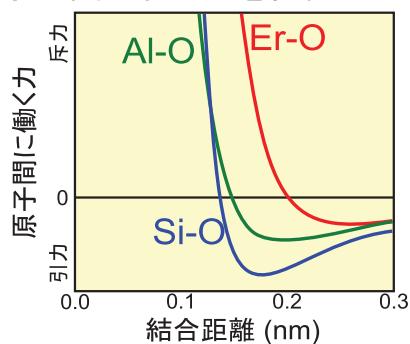
Ingenious Dynamics

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

## 分子動力学計算

24

- 2原子間に働く力を仮定

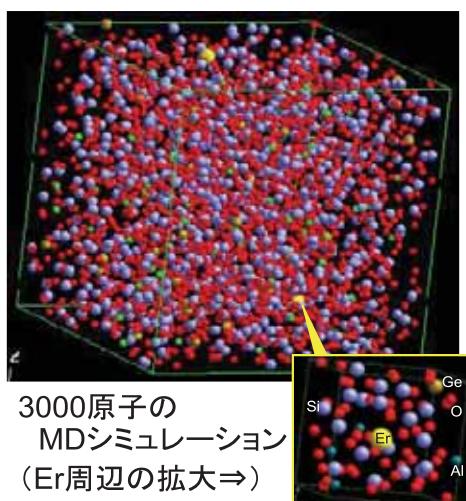


- 3,000個の原子を配置

原子を動かす

↑ 安定状態まで繰返す

エネルギーを計算



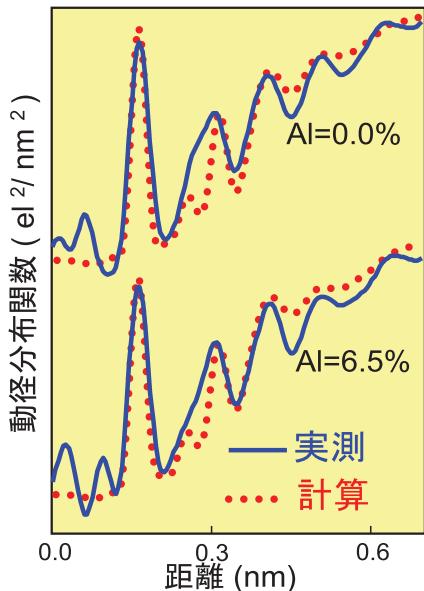
20,000ステップの計算で  
求められた構造モデル

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

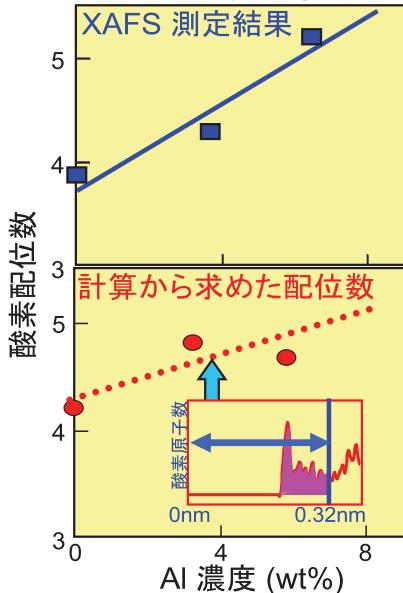
Ingenious Dynamics

## 構造モデルと実測の対比

全体構造(X線散乱)



酸素配位数(X線吸収)



SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 結論・今後の展開

### 結論

- ・高強度の放射光を用いることで、Er添加光ファイバの原子配列が可視化できた
- ・Al添加により、Er周辺の構造が変化する
  - 酸素の配位数の変化
  - 配位距離の変化
- ・これらにより、Erの電子状態にバリエーションが生じ、結果として広帯域化に結びつくと考えられる

### 今後の展開

- ・定性的一致から定量的一致へ: 解析精度向上
- ・他の材料系への展開

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 電力ケーブルの脱銅化：超電導ケーブル

27

1986年 高温超電導材料の発見

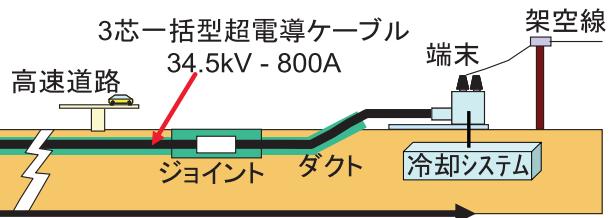
⇒ 超電導送電ケーブルの研究に着手  
送電ロス低減・送電容量アップ

2006年 米国NY州都 Albany市で実証実験

350m長のケーブル布設

9,000時間・70,000世帯に

電力を実際に供給

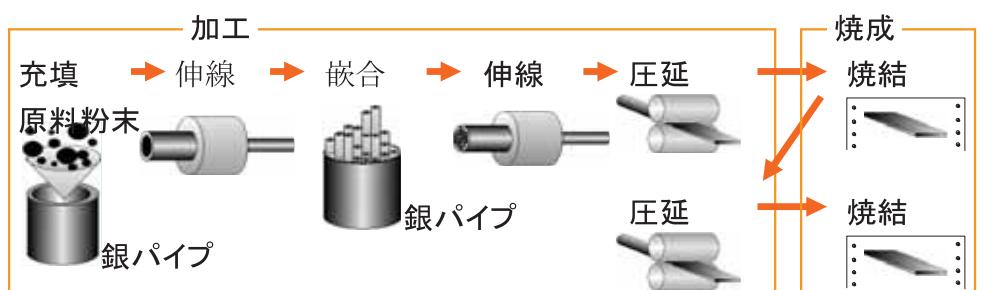
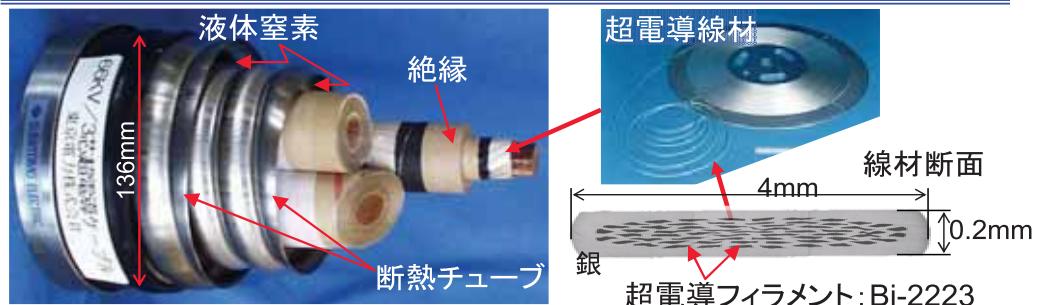


SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 超電導ケーブル

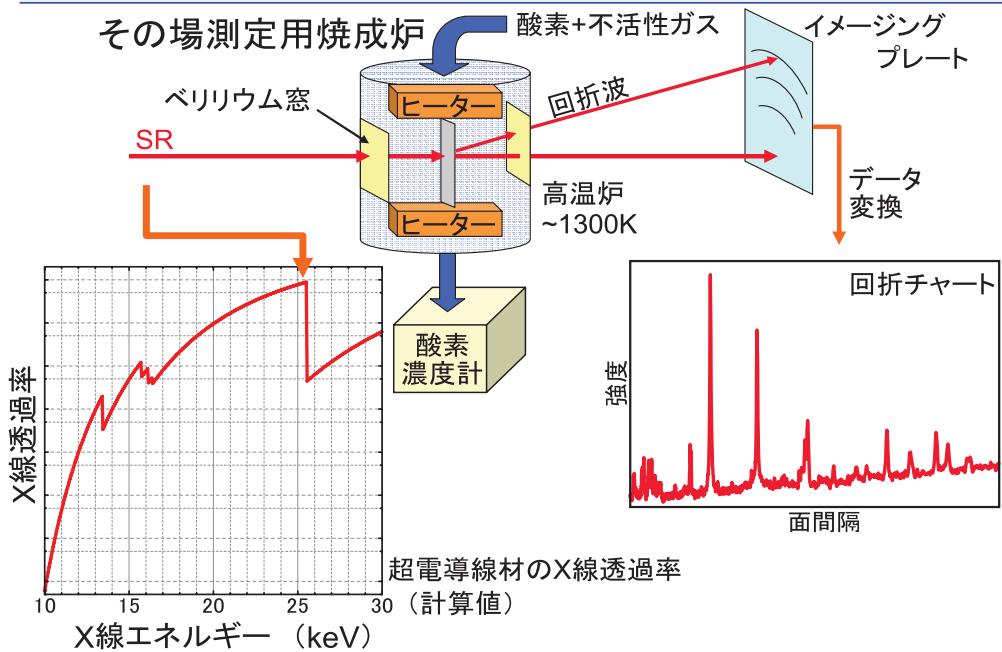
28



SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## その場測定の実験配置



SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

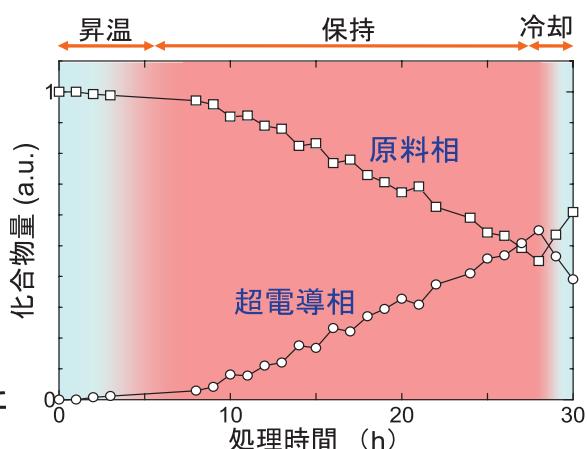
Ingenious Dynamics

## 結果のまとめ

焼結中の相の生成・消滅をその場X線回折で可視化

- ・超電導相の生成を定量的にとらえた
- ・中間化合物の生成と消滅が確認できた

今後の展開  
・原料の違い  
・雰囲気や温度の違い  
による反応解析に活用



実用材料の開発に向けた  
プロセス改善に活用

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

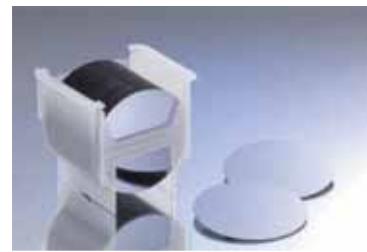
Ingenious Dynamics

## 半導体ウェハ表面の分析

31

ウェハ表面状態 プロセスの歩留り  
デバイスの信頼性

ウェハ表面の清浄化・制御  
がキーポイントの一つ



表面分析手法

TXRF(全反射蛍光X線分析)

高感度な組成分析

XPS(光電子分光分析)

結合状態を解析



放射光への期待

TXRF: 高強度X線利用で高感度化

XPS: 高分解能化で詳細な解析



◆ SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 半導体ウェハ表面の超微量元素の検出

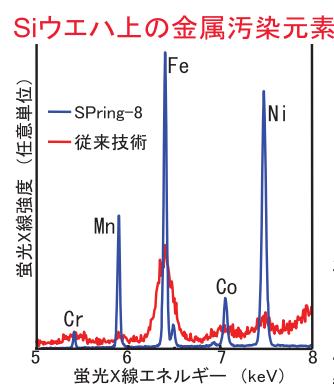
32

世界最高強度のX線(SPring-8)

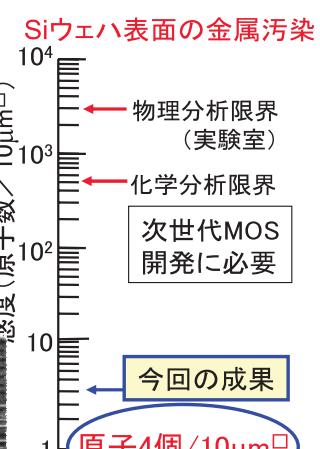
+ 13社で開発した低ノイズ・低バックグラウンド蛍光X線分析装置



世界最高検出感度



Siウェハ表面の金属汚染



微量元素の検出感度100倍  
従来方式の検出感度



原子4個/10μm²

富士通研究所、東芝、松下電器産業、住友電気工業の4社は1月、世界初となるここで生まれる微量元素の検出感度を従来の約100倍以上させた微量元素の検出感度の新技術を開発した。大型放射光施設「SPring-8」の高輝度放電光を用いて、従来分析感度一等高いとされる測定技術を開発して実現した。従来方式によるガード線を、200倍以上狭くして分析する。

「SPring-8」の高輝度放電光利用 2001年9月 日経産業新聞 他3紙

◆ SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## XPSの高分解能化

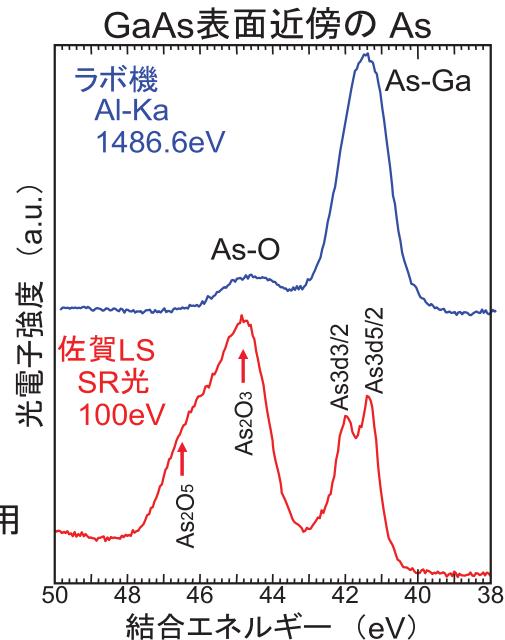
33

SR光の特徴  
強力・エネルギー選択

SR測定のメリット  
高S/N測定  
高分解能測定  
極表面分析:深さ~1/10

表面状態の詳細な解析が可能

表面制御・新プロセス開発に活用



SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 放射光分析の必要性

34

放射光は企業の継続的な発展に不可欠な解析技術  
(になりつつある)

### 背景

材料・デバイス構造のナノスケール化  
In-situ分析の必要性  
実試料分析のニーズ

### 目的

機能発現機構の解明・見えなかったものの可視化  
⇒アイデア創出・顧客への説明

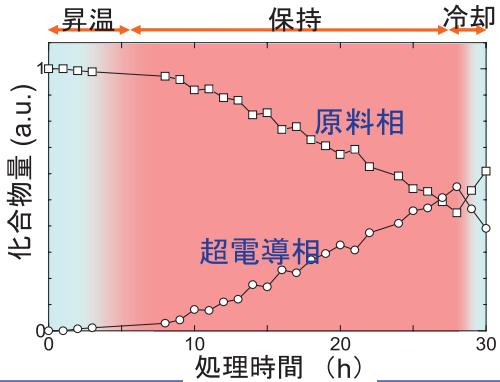
SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 放射光分析の必要性 : In-situ分析

35

In-situ分析: 製造工程、劣化…



◆ SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 放射光分析の必要性 : 実試料の分析

36

測定に適した模擬試料を分析 ⇒ 実試料に合せた測定手法・条件



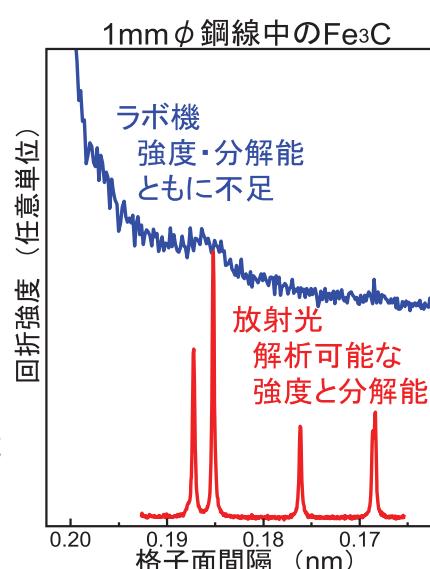
### 鋼線のX線回折測定

試料が曲面のため、ラボ機では強度や分解能の点で不十分

### 放射光X線回折

曲面試料でも十分な強度と分解能  
(ばね実物でも測定が可能)

製品そのものの解析が可能になる



◆ SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics

## 放射光への期待と要望

37

見えない「もの」や「こと」を可視化する技術は  
研究/開発/製造の全てのフェーズで必須の技術  
新たな分析技術ができる、実用化されることを期待

### 施設のハードウェア

- ・安定した運転が何れの施設でも達成されている

### 測定機器

- ・検出器の開発が重要：国産化が望ましい

データ解析技術：解析ができてはじめて成果に結びつく

- ・解析ソフトの多くは海外製：ブラックボックス化は大丈夫か

### 測定/解析ノウハウ

- ・共有化/DB化によるレベルアップ



Ingenious Dynamics

## 佐賀LSへの期待と要望

38

産業界のニーズ タイムリー 必要な時に必要なだけ使える  
安定性 何時でも同じデータが得られる  
低コスト

佐賀LS：「産業利用」を主目的とした唯一の放射光施設

- ・ハードは安定している：更なる進化を期待
- ・運営方針/システムはニーズと整合しているが、  
現在は、非常に混雑、中々使えない

### 期待/希望

- ・混雑の緩和策を期待 運転日増、夜間利用、BL増設
- ・ビームタイムの有効活用 測定/調整の自動化



Ingenious Dynamics

ご清聴ありがとうございました。



SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Ingenious Dynamics