

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、各種製品の開発、品質や信頼性の向上に役立ててきた。これを更に推し進めるためには、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モノづくりの課題解決に活用してきた。^[1]

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本立ての構成として、X線エネルギーとしては50 eV~35 keVをカバーしている。

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	2.7×10^{10} photons/s @ 7keV > 10^{10} photons/s @ 3.2 keV~11 keV	3.9×10^9 photons/s @ 160 eV > 10^9 photons/s @ 50 eV~1400 eV
エネルギー分解能	$E/\Delta E > 5000$ @ 10 keV	$E/\Delta E = 3480$ @ 400 eV
ビームサイズ	1.0 mm(H) × 0.2 mm(V) : 回折 1.7 mm(H) × 0.5 mm(V) : XAFS	0.95 mm(H) × 0.05 mm(V)
測定装置	XRD、SAXS、 XAFS (透過/蛍光/転換電子/試料電流)	XPS、XAFS (蛍光/試料電流)

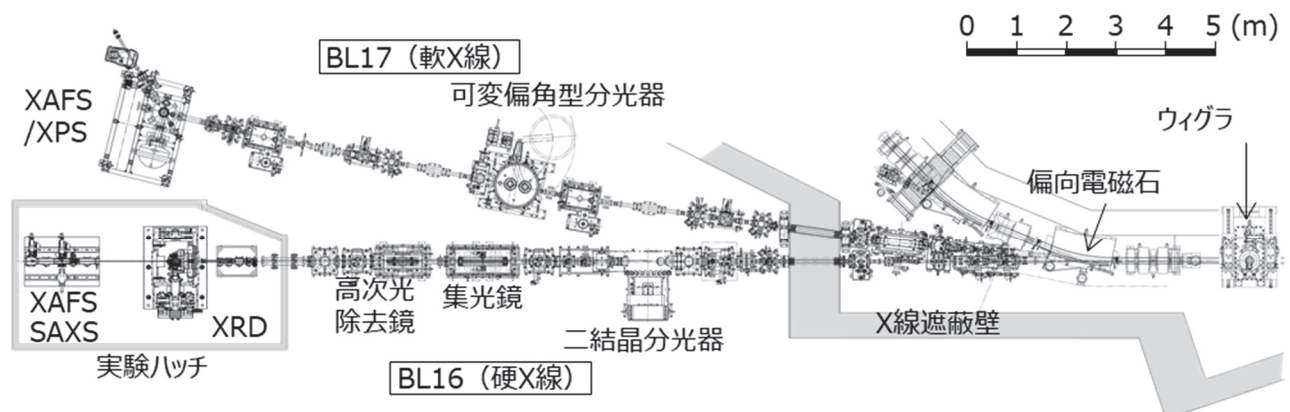


図 1 BL16/BL17 の構成

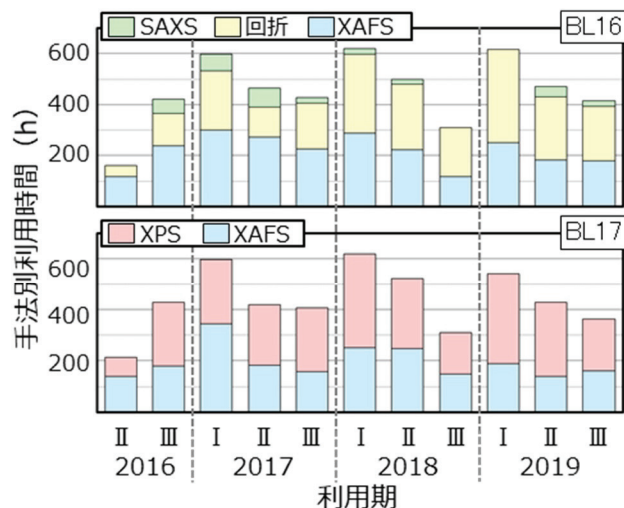
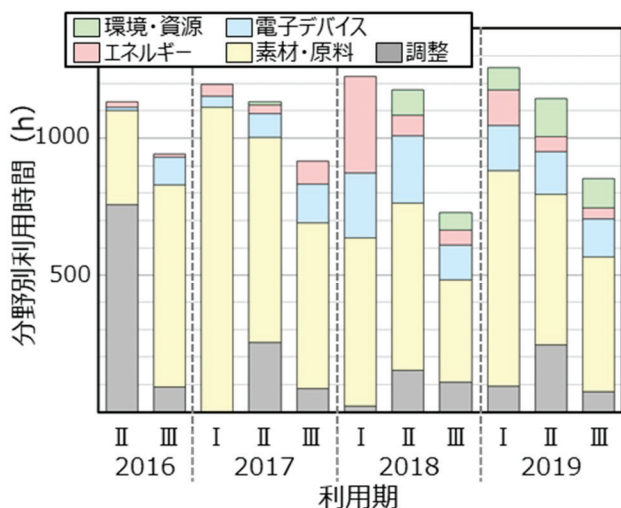


図 2 利用分野・利用技術

各BLの基本仕様を表 1 に、平面図を図 1 に示す。

2020年1月には、2015年1月に締結した設置契約が満了するため、再契約に向けた手続きを行ない、2019年7月に実績報告書および次期計画書を提出し、再契約をご承認頂いて、2020年1月に再契約を締結した。

2. ビームラインの利用状況

ビームライン稼働からの利用技術・利用分野ごとの利用時間の推移を図 2 に示す。

2019 年度については、供給されたビームタイムのうち、88%を利用実験に供しており、残りの 12%は新装置の立上げ調整、期初の立上げ調整、作業者の教育に活用しており、ビームタイムは有効に活用できているものとする。

利用分野については、設置当初は短期的なテーマを含めて、様々な利用を検討したため、分野の変動が大きかったが、この一年は当社グループの特徴である素材が半分以上を占め、電子デバイスと環境・資源、エネルギーについても一定の割合で利用している。

一方、手法については、BL16 で回折測定 of 比率が徐々に大きくなっている。これは前年度から整備を始めたその場測定などの長時間を要する測定が多く実施されたことが原因と考えている。BL17 については、大きな変化は認められていない。

3. ビームラインの整備

2019 年度については、光源や輸送部、エンドステーションは安定して順調に稼働しており、大幅な修繕や

改造等は実施していない。

実験装置に関しては、2018 年度に BL16 に導入したその場測定装置 (ステージ) の使用温度領域を拡大した。以下に詳細を示す。

2018 年度に導入したステージは、 $-100^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ の温度域で、 $0.1\text{ N}\sim 200\text{ N}$ の荷重で引張荷重をかけることが可能なステージである。しかし、金属材料の熱処理は、より高温で行なわれることが多く、更なる高温下での測定が必要となったため、Linkam 社製 10002L を導入した。このステージの仕様を昨年度に導入したステージと比較して表 2 に示す。ここに示したように、温度域は $-200^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ に拡大しているが、応力を負荷する機構はなくなっている。その分、装置全体は小型化しており、取り合いの治具を改造するだけで、回折・小角散乱・XAFS の各測定が可能である。更に、制御系や操作ソフトなどは 2018 年度に導入したステージと共用であり、使い勝手を大きく変えることなく利用が可能である。図 3 に装置の外観と試料近傍の構造を示す。

表 2 導入した高温ステージ

項目	2019 年度	2018 年度
装置型番	Linkam 社	
	10002L	10073B
雰囲気	大気・不活性ガス	
温度範囲	$-200^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$	$-100^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$
荷重	不可	引張: $0.1\text{ N}\sim 200\text{ N}$
試料サイズ	16 mm ϕ	10 mm \times 25 mm

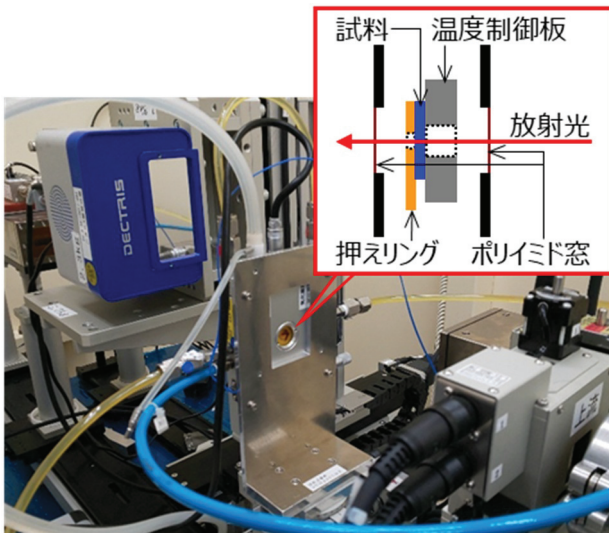


図 3 高温測定用ステージ：回折用配置

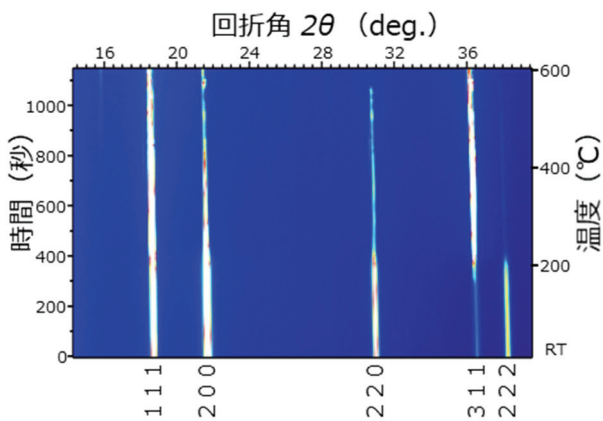


図 4 純銅箔の高温 X 線回折測定結果
：50 μm 厚、窒素ガスフロー

図 4 には、試料として 50 μm 厚の純銅箔を用いて昇温測定を実施した結果を示す。加熱により配向性が変化する様子が捉えられている。また、窒素ガスフロー下で測定することで、酸素濃度を抑えたことにより、酸化物の生成は抑えられている。

この他に輸送部を含めた機器制御に使用している PC の OS を全て Windows10 としてセキュリティを確保している。また、回折計の 2θ アーム上に二次元検出器を常設できるようにして、迅速な回折測定を可能としている。

4. 応用研究事例：Al 合金中の鉄化合物の析出^[3]

工業用アルミ材料では、強度と電気伝導がトレードオフ特性となる、200°C以上の高温で大きな強度低下がある、という2点が銅製品や鉄製品の代替における

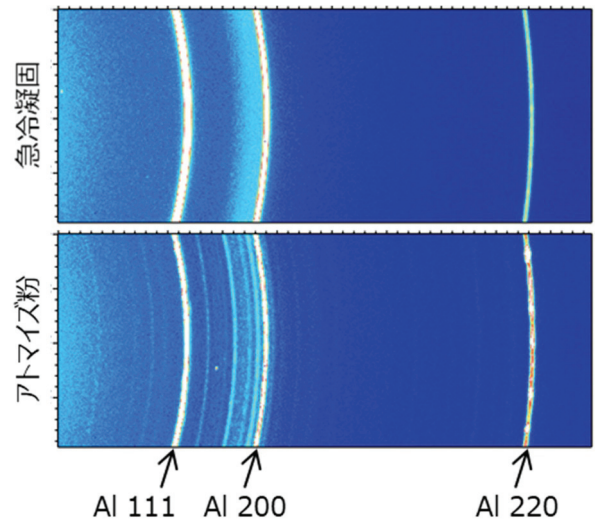


図 5 Al-Fe 合金の X 線回折測定結果

障壁となっている。前者のトレードオフ関係を打破すれば、資源的に豊富で安価なアルミ材料を多様な分野に展開することが可能になるため、当社では、鉄(Fe)を添加したアルミ合金の開発を進めている。

汎用のアトマイズ法に比べて100倍の冷却速度が得られる単ロール法を用いた液体急冷法により、Feを多く固溶させたバルク素材の創成と、それを任意形状に加工後に析出熱処理を行うプロセスにより、高強度かつ高導電率の材料を得ることを目指し研究開発を進めている。これらの材料中の微細で微量な析出物の検出、解析には放射光X線回折法が有効と考えられる。

図 5 はこの一例を示す測定結果である。試料は、純アルミニウムにFeを2重量%~8重量%添加し、単ロール法を用いた液体急冷凝固により作製した薄帯と、比較用として、同じ成分でガスアトマイズ法を用いて作製した粉末である。これらの試料について、透過配置(Laue配置)で、二次元検出器を用いてX線回折測定を行ったものである。この結果、比較用のガスアトマイズ粉では、母相のAl以外にも多くの回折リングが検出されている。一方の急冷凝固薄帯では、Al以外のリング以外はブロードなリングはあるものの、明瞭に析出物を示唆するリングは認められていない。詳細な解析は現在、実施中であるが、この結果は、ガスアトマイズ粉よりも急冷凝固薄帯の冷却速度が大きいことを示していると考えられる。

これらの急冷凝固薄帯を成型、熱間押出してバルク化した材料の機械特性と電気特性や熱伝導特性を測

定した結果、既存の種々の材料に比べ、高い強度と導電率、熱伝導率を持つことや、200°C以上での高温強度も純銅並みに高いことがわかった。

Al合金では、様々な組成の金属間化合物の存在が知られており、通常のX線回折装置ではピーク判別や詳細な解析が困難な場合がある。更に使用するX線の光子エネルギーを変えて試料深部の測定を行なうことで試料表面の汚染や酸化物の影響を低減した測定が可能である。このように、放射光を用いることで材料内部の解析がより詳細に実施できるものと期待される。

今後も材料設計やプロセスの最適化を継続して、新しい材料の開発を進めていくが、その中で、放射光を用いた分析は必須のアイテムとなっているものと考ええる。

5. まとめ

住友電工 BL は本格的な稼働から 4 年を経て、有効に活用されていると考える。冒頭に述べたように、2020 年 1 月には再契約を締結して、ビームラインを利用できる体制を継続した。今後も当社グループの製品開発等の諸課題の解決に活用していく。

参考文献

- [1] 山口浩司, 飯原順次, 上村重明, 斎藤吉広, “放射光分析用住友電工ビームライン”, SEI テクニカルレビュー, **192**, 143 (2018).
- [2] 山口浩司, 九州シンクロトロン光研究センター年報 2018, 33-36 (2020).
- [3] 前田 徹ら, “Al-Fe 系超急冷粉末を用いた粉末熱間押出材の諸特性”, 粉体粉末冶金協会 2019 年度春季大会

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター
山口 浩司