

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、放射光を用いた原子レベルの分析や製造プロセスのその場評価などの高度な材料分析を光ファイバや切削工具など製品の信頼性や性能の向上、超電導線材や触媒など新製品の開発促進に活用してきた。これを更に推し進めるためには、放射光を用いた高度な材料分析技術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2本のビームライン(以下、BL)の建設を進め、2016年11月に社内の実際の製品や開発品の課題解決に活用を始めた。

2. ビームライン建設の経緯

当社では、2011年ごろからBLの設置を検討してきた。社内での計画検討と並行して、SAGA-LS スタッフの方々のご協力を頂き、BLの基本設計を進めてきた。2013年には、BL建設を行なうことを社内で決定し、以下で設置を進めてきた。

- ・2013年 9月 設置計画書提出
- ・2013年 10月 検討専門委員会
- ・2013年 11月 計画承認
詳細設計

- ・2015年 1月 設置契約締結
- ・2015年 2月 着工
機器設置・調整作業
- ・2015年 10月 BL17 First Light 確認
- ・2016年 2月 BL16 First Light 確認
- ・2016年 3月 輸送部主要機器の設置完了
- ・2016年 6月 竣工検査
- ・2016年 8月 利用契約締結
輸送部・測定機器の調整
- ・2016年 11月 本格的な利用を開始

3. ビームラインの構成と主な仕様

当社では、製品や開発品に用いられる元素が多岐にわたるため、住友電工BLでは、50 eV~35 keVのX線を利用することが前提であった。このため、硬X線用のBL16と軟X線用のBL17の2本で構成することとした。各BLの基本仕様を表1に、平面図を図1に示す。

4. 光源・輸送部性能

4-1. BL16

BL16はSAGA-LS BL07で開発され、供用されている4T超伝導ウィグラーの同型機を光源とした。

表1 ビームラインの仕様

	BL16 (硬X線 BL)	BL17 (軟X線 BL)
光源	4T超伝導ウィグラー	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	E/ΔE > 3000
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)

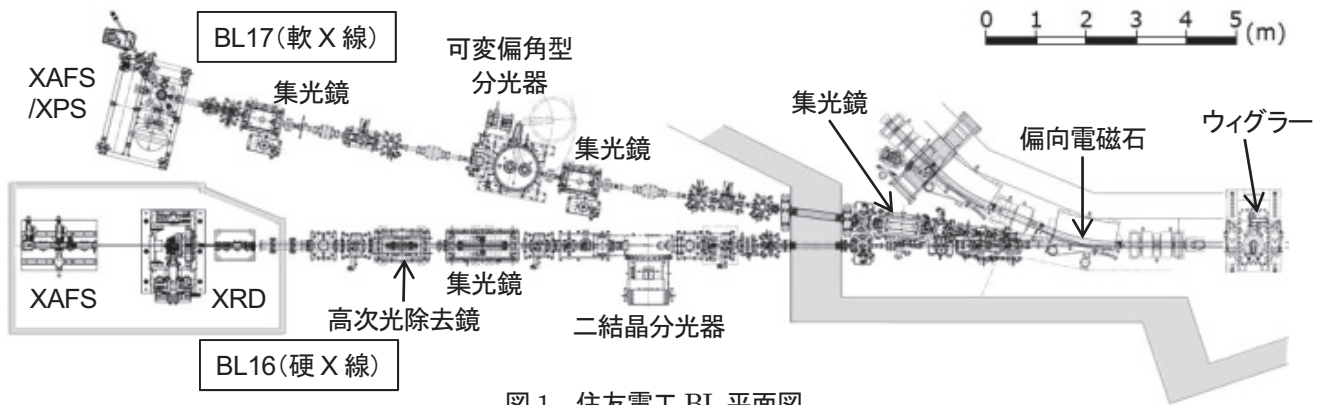


図1 住友電気 BL 平面図

分光結晶として、Si 111、311 及び InSb 111 を用意し、これら交換することで、2 keV～35 keV の X 線を利用可能としている。なお結晶交換時は分光器を大気解放する必要があるが、15 時間程度の真空引きで光を出すことが可能であり、結晶交換後も 1 時間程度の調整で実験が可能である。

分光器の下流には、ベンド・シリンドリカル集光鏡 (Pt/Ni 切替) と高次光カット用の平面鏡 (Rh/Ni 切替) を備え、上述のエネルギー領域で 1 mm×0.2 mm 程度に集光したビームが利用可能である。

BL16 の上流架台上で測定したフラックスを図 2 に示す。測定にはイオンチャンバーを用い、電流量からフラックスに換算した。

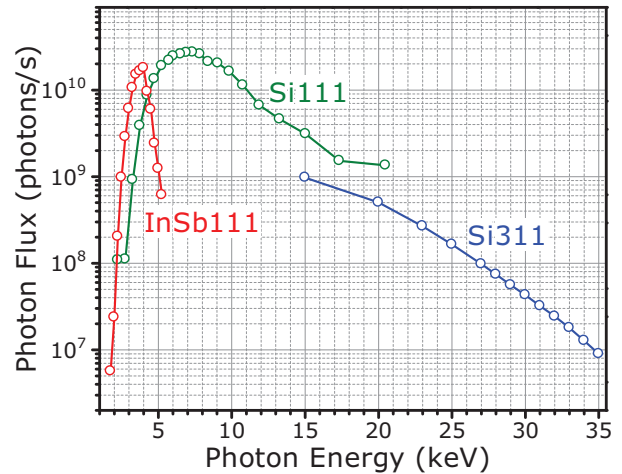


図2 BL16 のフラックス

4-2. BL17

BL17 は偏向電磁石を光源とした BL である。

刻線間隔の異なる 4 つの回折格子 (400/1000/1400 /2200 本/mm) を備えた可変偏角型分光器と集光鏡を設置している。回折格子を切替えることで、50 eV ～2000 eV の X 線が利用でき、試料位置で 1 mm×0.05 mm に集光させている。

測定試料位置で測定したフラックスを図 3 に示す。測定には、フォトダイオードを用い、電流量からフラックスに換算した。

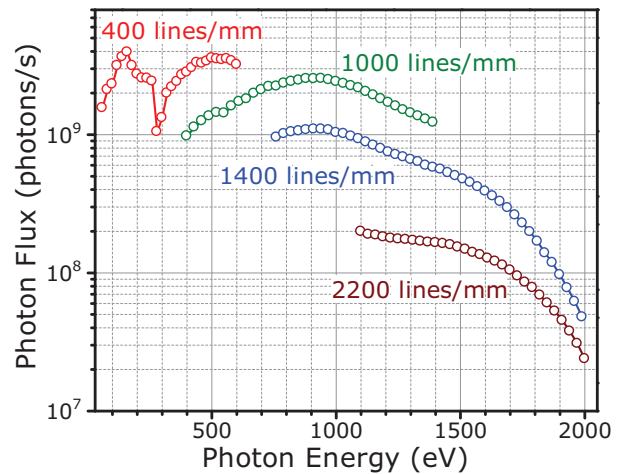


図3 BL17 のフラックス

5. 測定機器

5-1. BL16

実験ハッチ内には、回折装置と、これを挟んで上下流に二つの光学架台を設置し、この上で XAFS 測定と小角散乱測定を実施している。

回折装置は神津精機製の NZD-9 型回折計である。

当社製品には大きな製品もあり、これらの非破壊測定、或いは加熱や応力付与など、その場測定に対応するべく、試料ステージの耐荷重を 10 kg、搭載可能サイズを 100 mm×100 mm×100 mm と大きくとったことがこの回折計の特徴である。

検出器は NaI シンチレータを使用しているが、現在、 2θ アーム上に二次元検出器を搭載して高速測定を実施することを検討している。

図 4 に Si ウエハ上の厚さ約 10 nm の Au 薄膜の

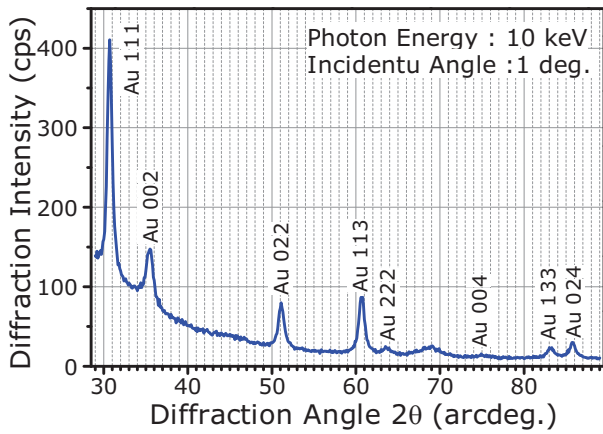


図4 BL16で測定した金薄膜の回折パターン

斜入射回折の測定結果を示す。この厚さでも十分なS/Nで回折データが採れている。

X線吸収分光分析(XAFS)は、主に下流側の光学架上にイオンチャンバー、四素子シリコンドリフト検出器(SDD)、転換電子検出器等を目的によって組合せ・配置することで、透過法/蛍光法/転換電子収量法でのXAFS測定を可能としている。また、試料台はゴニオメータであり、斜入射XAFSによる表面分析を可能としている。

上流側の架台には、試料と単素子SDD検出器の雰囲気をHe、若しくは減圧にすることが可能なチャンバーを設置している。これにより、低エネルギー領域のXAFS測定が大幅に改善され、硫黄やリンなどの測定に活用している。

図5にBL16の利用可能エネルギーの下限近くに吸収端を持つリンをInSb111分光結晶を使用し、He雰囲気下で測定した結果を示す。また、図6には上限に近い吸収端を持つ錫をSi311分光結晶を用いて測定した結果を示す。BL16で2 keV~35 keVのXAFS測定が利用可能であることを確認した。

小角散乱については、上流架台に試料を、下流架台に検出器を設置し、その間に空気散乱を低減するための減圧パイプを置くことで実施している。散乱パターンは、イメージングプレート若しくはPILATUSを縦横に走査することで撮影を行なう。

標準的な配置では、カメラ長は3 mであるが、試料位置を回折計位置にするなどで、0.3 m、2 mも選択できるようにしている。使用するX線のエネルギーについては、8 keV~18 keVで実績がある。散乱防止パイプの内径が200 mm、ダイレクトビーム

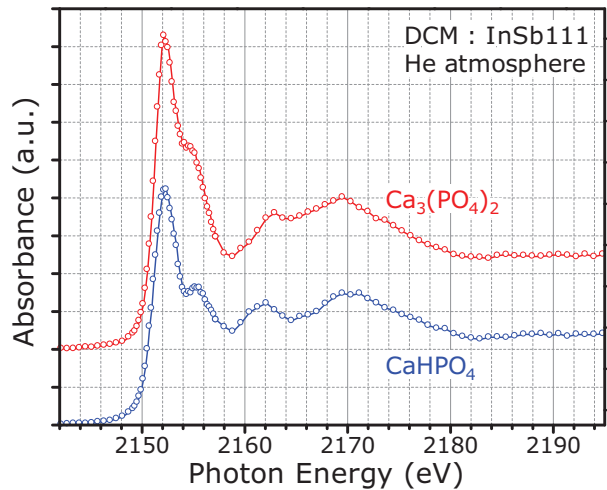


図5 BL16で測定したリンK端のXAFSスペクトル

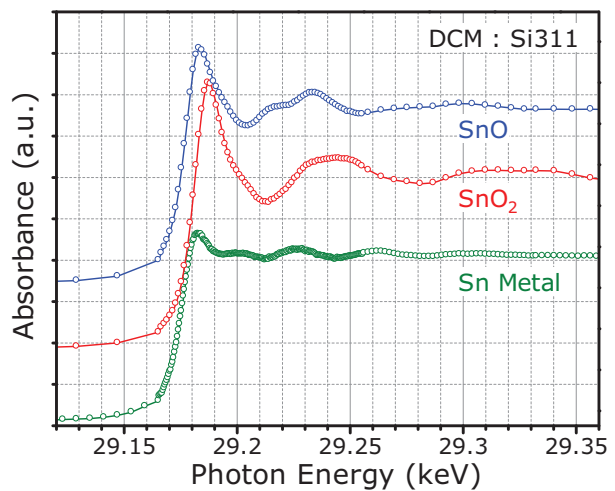


図6 BL16で測定した錫K端のXAFSスペクトル

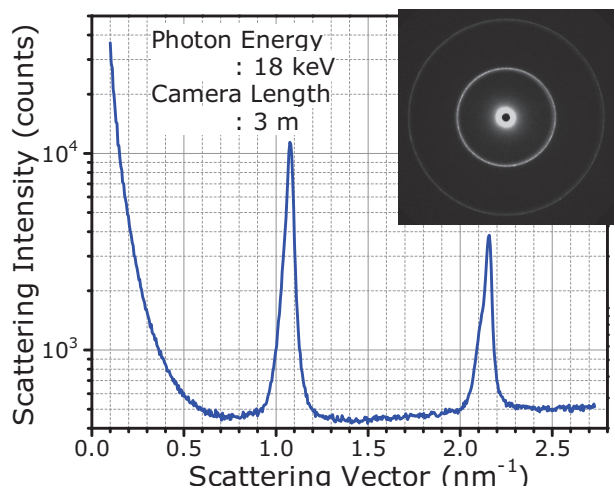


図7 BL16で測定したベヘン酸銀の小角散乱パターン

ストッパーが約6 mmの大きさであるため、カメラ長との組合せで、散乱ベクトル $q (=4\pi\sin\theta/\lambda)$ で、 $0.13 \text{ nm}^{-1} \sim 100 \text{ nm}^{-1}$ の範囲が測定可能である。

図7は小角散乱の標準試料として用いているベヘン酸銀の散乱パターンをカメラ長3 mで撮影した二

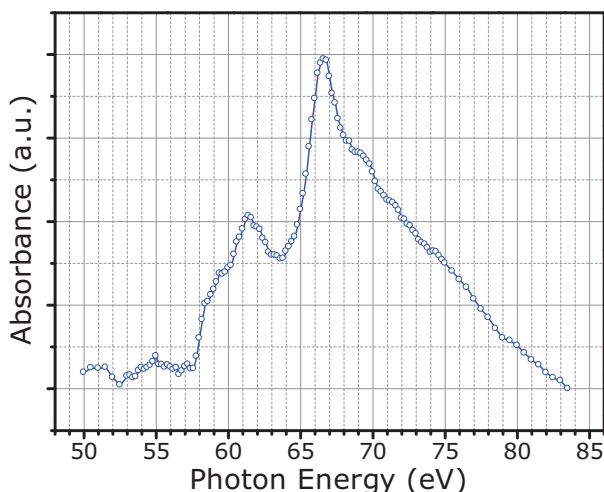


図8 BL17で測定したリチウム *K* 端の XAFS スペクトル

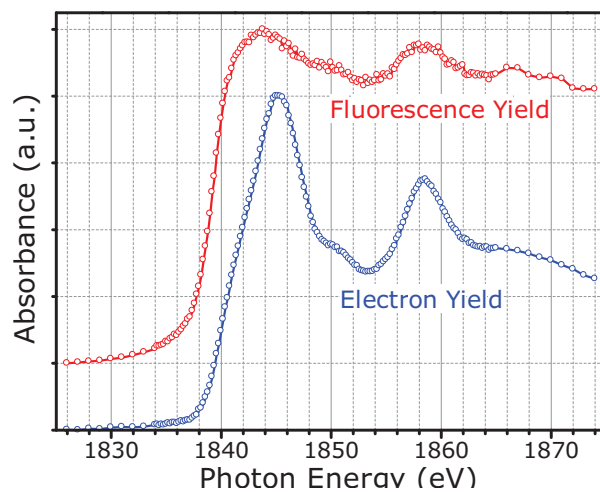


図9 BL17で測定したシリコン *K* 端の XAFS スペクトル

次元パターンとそれを周方向に積分したものである。

5-2. BL17

測定装置は、輸送部に直結させた超高真空チャンバーに各種の検出器を取付け、XPS、XAFS 測定を可能としている。

試料周りについては、放射光の偏光を活かした測定も可能な配置としている。更に、試料ステージは SPring-8 サンビーム ID (BL16XU) に設置した HAXPES 装置と同じ仕様とし、トランスファーベッセルを用いることで、同一試料の極表面からバルクまでの状態分析を可能としている。

XAFS 測定としては、蛍光 XAFS と試料電流 XAFS を可能としている。前者のため、単素子 SDD をチャンバーに取付けているが、窓による感度低下を防ぐため、Windowless タイプを採用している。また、後者のためには、試料から電流を取出す機構を備えている。

図8はBL16の利用可能エネルギーの下限に近い吸収端を持つリチウム *K* 端を、図9には上限に近い吸収端を持つシリコンの *K* 端を蛍光法及び試料電流法で測定した結果を示す。何れも適切なスペクトルが得られており、50 eV~2000 eV での XAFS 測定が可能であることを確認できた。

光電子分光測定には、チャンバーに取付けた静電半球型の電子分光器(VG シエンタ製 R3000)を用いている。絶縁試料測定用に中和銃(電子銃)、表面のクリーニング用にスパッタ銃を備えている。

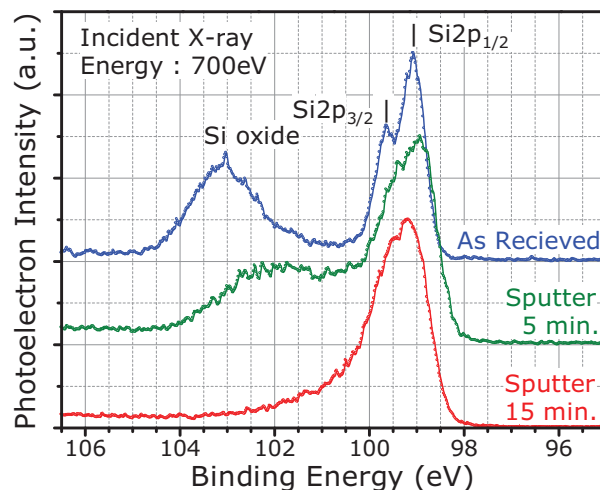


図10 BL17で測定したシリコンの XPS スペクトル

図10は入射X線のエネルギーを700 eVとして、Si ウエハの表面分析を試みたものであり、表面の自然酸化膜が検出され、これがスパッタで除去されること、Si2p の二つのピークが分離しており、高エネルギー分解能で測定が可能であることがわかる。

6. 結 言

2013 年に正式に着手した住友電工ビームラインは3年を経て、2016年11月に稼働した。

今後は社内の諸課題の解決に有効に活用して行くとともに BL の高機能化、高効率化も進めて行きたい。

住友電気工業株式会社
山口浩司、飯原順次