

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、超電導線材や電池材料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。^[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 測定を実施出来るように、ウィグラを光源とする BL16 (硬 X 線) と偏向電磁石を光源とする BL17 (軟 X 線) の 2 本立ての構成とし、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 に示す。

2. ビームラインの利用状況

ビームライン稼働からの分野・手法毎の利用時間推移を図 2 に示す。

表 1 住友電工ビームラインの仕様

	BL16 (硬 X 線)	BL17 (軟 X 線)
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 @ 7 keV > 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)

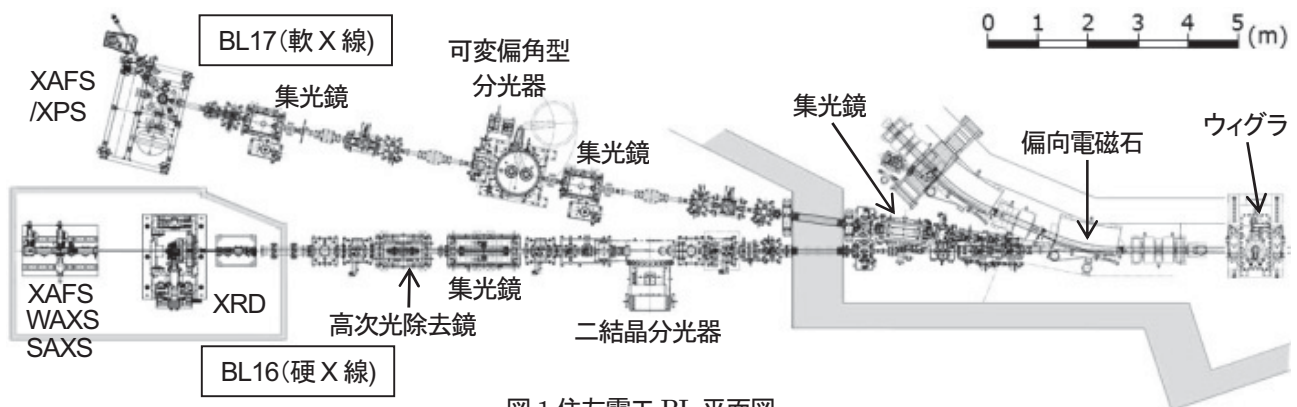


図 1 住友電工 BL 平面図

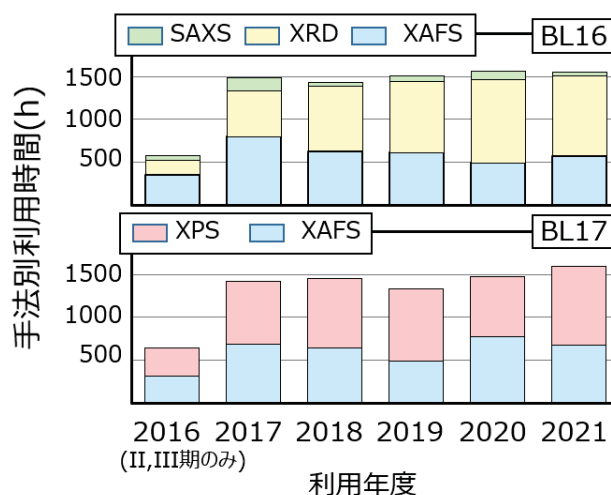
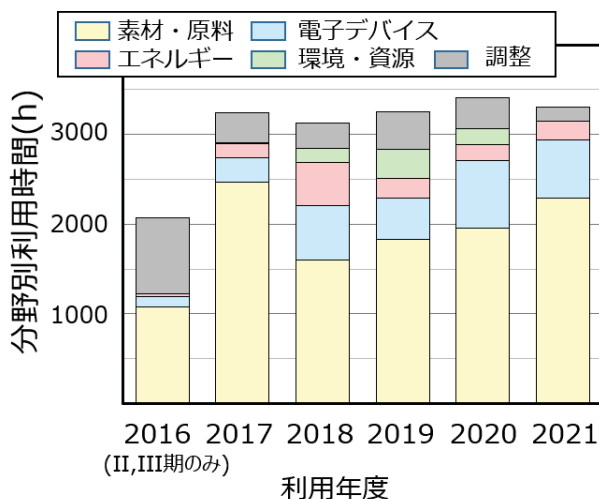


図2 分野・手法別の利用時間推移

2021年度は、供給されたビームタイムの内、95%を利用実験に供しており、残りの5%は期初の立ち上げ調整、新装置の立ち上げ調整、作業員教育に活用しており、有効にビームタイムが利用出来ていると考えている。

利用分野については、当社グループの特徴である素材・原料分野が半分以上を占め、続いて電子デバイス分野が占める傾向は今年度も継続している。

一方、測定手法については、BL16における回折測定と XAFS 測定の比率が昨年度と比較して同程度であった。これは、昨年度と同様に回折のその場測定等の案件が多い状況が継続しているためである。BL17については、XPS 測定割合が昨年度と比較して増加している。これは電子デバイス分野での利用増加が要因の一つと考えている。

3. ビームラインの整備

光源およびBLに関しては、2021年10月にBL17の分光器のベローズ部分からの真空リークが発生したが、漏れ止め剤による簡易補修を行い、利用を継続することが出来た。2022年10月の停止期間に補修を行う予定である。補修に合わせて、光学素子のオゾンアッシング洗浄を実施する。光源(ウィグラ)やエンドステーションは安定して順調稼働しており、大幅な修繕や改造は実施していない。

実験装置に関しては、ハード面では、BL16にイメージング用 X 線カメラシステムを導入した。

4. イメージング用 X 線カメラシステム

当社は、これまで、超電導線材やリサイクル技術開発等に放射光その場測定技術を適用し、製造条件最適化に活用してきた。住友電工 BL では、その場測定装置を導入し加熱・冷却・引張環境下での XRD・SAXS・XAFS 測定を実施している^[2-5]。加えて、サンプルの状態やプロセスを可視化したいニーズが顕在化してきた。

測定対象となる線材、樹脂、半導体等多岐の社内ニーズに適したイメージング用 X 線カメラの選定、導入を行った(表 2)。選定に際しては、九州シンクロトロン光研究センター 主任研究員 米山明男様にご協力いただいた。

2種類のカメラは①広視野タイプ、②狭視野/高分解能タイプに区分でき、透視像および CT 測定(その場測定との組み合わせを含む)システムを立ち上げた。

ここでは、①の広視野タイプのカメラシステムを用いた CT 測定例として、スポンジに含まれたアルコールが揮発する様子を観察した事例を紹介する。

表 2 イメージング用 X 線カメラの概要

項目	①広視野タイプ	②狭視野/高分解能タイプ
装置名	Zyla 5.5 HF (ANDOR)	KenVy-2 ^[6]
画素数	2560×2160	2048×2048
画素サイズ	6.5 μm□	1.3 μm□(5倍レンズ) 0.65 μm□(10倍レンズ)
有効視野	16.6 mm × 14 mm	2.6 mm□(5倍レンズ) 1.3 mm□(10倍レンズ)
蛍光体	CsI:Tl(厚さ 150 μm)	CsI:Tl(厚さ 1mm)
フレームレート	100枚/sec	50枚/sec
ダイナミックレンジ	12bit and 16bit	

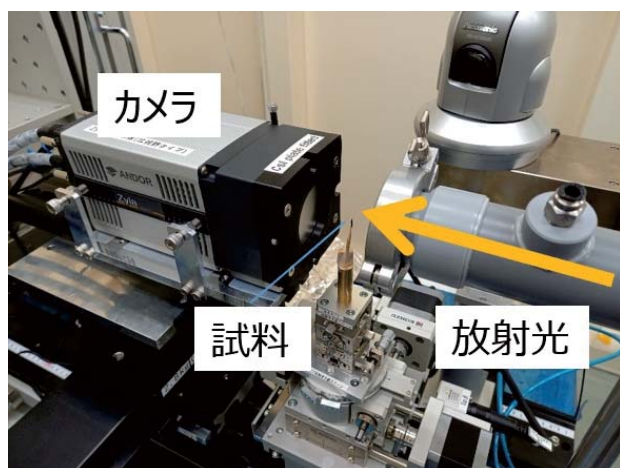


図3 CT測定実験配置



図4 サンプルの外観

図3にCT測定系概要、図4にサンプル写真を示す。試料はスポンジを用い、BL16 下流側架台上の回転ステージ上にセットした。X線の光子エネルギーを15.0 keVとし、高次光除去ミラーは使用せず、分光器を最大強度の50%にdetuneして高次光を除去した。上流側には入射X線強度調整用のアッテネータ(Cu製)を配置している。用いたカメラは①広視野タイプであり、Be窓保護のためAl箔(12 μm)を貼り付けている。CT測定条件は、フルスキャン、投影数601、露光時間0.15 sec(1測定90秒)とし、2分間隔でCT観察を実施した。試料回転と撮像の連動にはPM16Cのトリガ信号を利用した。測定直前にスポンジにアルコールを数滴滴下し、測定を開始した。

図5にアルコール滴下直後から2分間隔で測定した再構成像を示す。滴下直後の再構成像では、スポンジ(白)、アルコール(灰)、大気(黒)とコントラスト良く識別できることがわかる。時間経過と共にアルコールが揮発し、大気のエリアが増えていく様子が確認できる。12分後の再構成像からは、ほとんどのエリアでアルコールが揮発し、大気と同等の輝度を示していることが確認できた。今後は、カメラシステムの信号強度安定性に加え、密度分解能を向上させることを念頭に開発を進める。

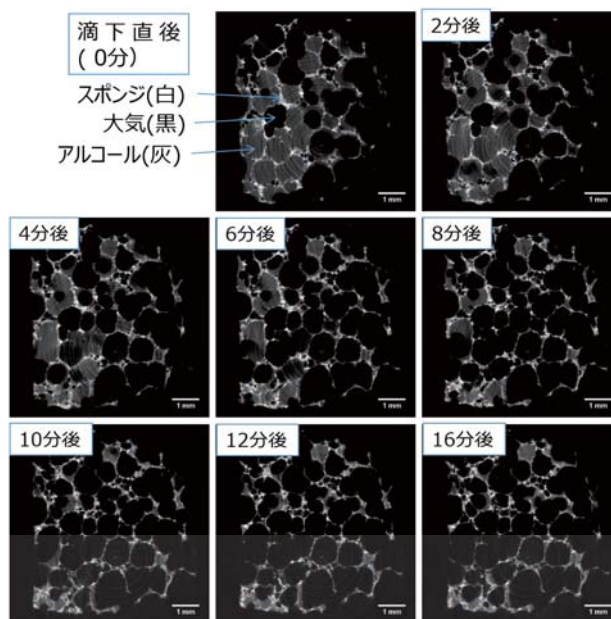


図5 再構成像(アルコール滴下直後から2分間隔で16分後まで測定、図中のスケールバーは1 mm)

5. まとめ

2016年11月から稼働した住友電工BLはSAGA-LSのスタッフの方々の協力を得て、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、ソフトウェア開発およびハードウェアのアップグレードを行ない、社内の諸問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, 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] 山口浩司, 九州シンクロトロン光研究センター年報2019, 33-36 (2021).
- [4] 徳田一弥, 後藤和宏, 山口浩司, SEI テクニカルレビュー, **199**, 75 (2021).
- [5] 上村重明, 九州シンクロトロン光研究センター年報2020, 33-36 (2022).
- [6] A.Yoneyama *et al.*, J. Synchrotron Rad. **28**, 1966-1977 (2021)

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター

上村 重明