

BL16B2 サンビームBM

1. はじめに

BL16B2（サンビームBM）は、BL16XUとともに、民間13社・グループ^{〔脚注〕}からなる産業用専用ビームライン建設利用共同体（サンビーム共同体）が管理、運営する専用ビームラインである。放射光分析技術の産業利用を目的としてSpring-8稼働前の1996年に発足したサンビーム共同体は、1998年に専用ビームライン設置契約を締結し、1999年9月より2本のビームラインの利用を開始した。各ビームラインは産業界の幅広いニーズに応えるため複数の実験手法に対応しており、利用開始以降も中間評価や契約更新などの節目に大型設備投資を行って、最新の技術と装置を産業利用に適した仕様で導入してきた。

2017年度には第Ⅱ期設置契約に対する利用状況評価と第Ⅲ期に向けた次期計画書の審査を受け、2018年からの第Ⅲ期設置契約が認められた。

2. ビームラインの概要

BL16B2の基本仕様を表1に、BL16XUを含めた機器配置を図1に示す。

光源は偏向電磁石で、光学ハッチに設置した可変傾斜型Si二結晶単色器により、4.5～113 keVまでの広いエネルギー範囲で単色X線を利用できる。また単色器の下流には、集光および高次光除去のためのベントシリンドリ

表1 BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
エネルギー	4.5～113 keV
単色器	可変傾斜型二結晶 Si (111), Si (311), Si (511)
光子数 ビームサイズ	～10 ¹⁰ photons/s ミラー不使用：60 mm(H)×5 mm(V) ミラー使用：0.1 mm(H)×0.1 mm v V)
実験装置	大型実験架台 (XAFS / X線トポグラフィ / X線イメージング)、6軸X線回折計、その場測定用ガス設備

カルミラーが設置されており、最小でサイズ0.1 mm角程度のビームが得られる。

実験ハッチには、上流側に大型実験架台と可搬式の19素子Ge半導体検出器、下流側に6軸X線回折計が設置されている。大型実験架台はエアパッド浮上式ステージを採用しており、 θ - 2θ 型ゴニオメータや各種検出器を簡単かつ自由に配置できるため、XAFSやX線トポグラフィ、X線イメージングなどの実験を短時間で切り替えることができる。

XAFS測定では、イオンチャンバー、ライトル検出器、転換電子収量検出器および19素子Ge半導体検出器を利用可能で、単色器の高速駆動によるクイックスキャンXAFSにも対応している。イメージング測定では、PILATUS検出器、フラットパネル検出器、12インチX線イメージインテンシファイアおよびCMOSカメラを

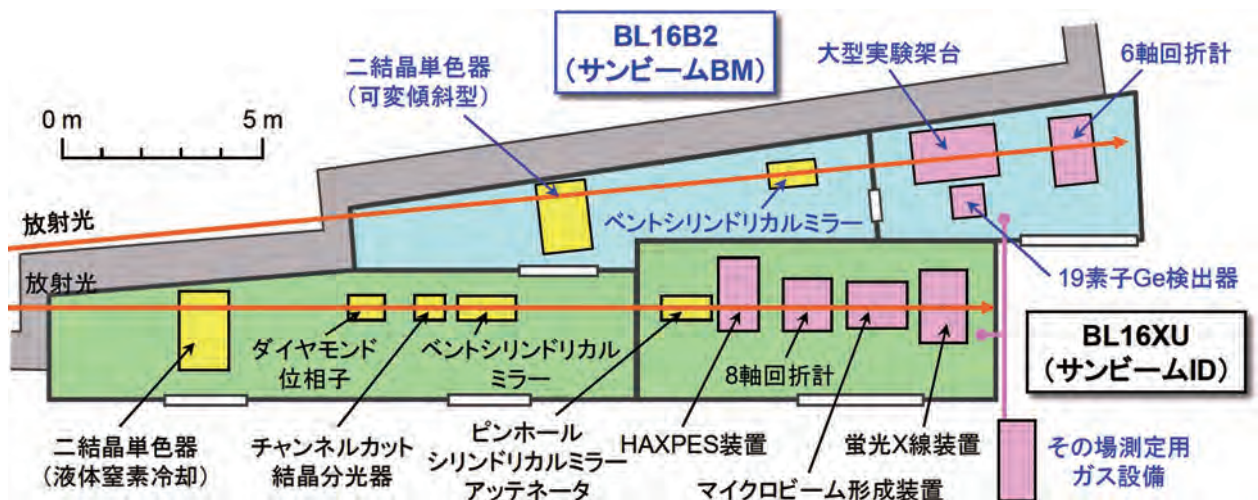


図1 BL16XUおよびBL16B2の機器配置 (2018年3月時点)

〔注〕 川崎重工業(株)、(株)神戸製鋼所、住友電気工業(株)、ソニー(株)、電力グループ〔関西電力(株)、(一財)電力中央研究所〕、(株)東芝、(株)豊田中央研究所、日亜化学工業(株)、日産自動車(株)、パナソニック(株)、(株)日立製作所、(株)富士通研究所、三菱電機(株)
(2018年3月現在、50音順)

利用可能で、X線トポグラフィやX線CT、ラミノグラフィ、2次元XAFSなど幅広い手法に対応する。6軸X線回折計では、通常のX線回折のほか、高エネルギーX線回折およびDAFS測定が可能である。またBL16XUと共用で、その場測定用ガス設備や試料加熱ステージも利用可能である。

3. 利用状況

BL16B2で実施された各社の利用研究課題の適用分野および測定手法について、2008年度から2017年度までの推移を図2および図3に示す。縦軸は各社利用に配分されたビームタイムに占める割合である。

直近3年間の主な適用分野は半導体、電池、および素材だが、触媒・燃料電池やその他の分野でもある程度利用されている。これは測定対象の広いXAFSに加えて、X線回折、トポグラフィ、イメージングなど多様な手法を短時間で切り替えて利用できるというBL16B2の特長によるものと考えられ、GaNやSiCなどの化合物系半導

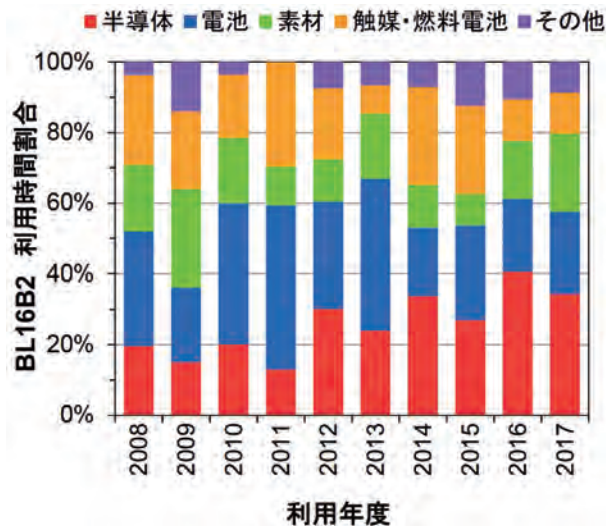


図2 利用研究課題の適用分野の推移

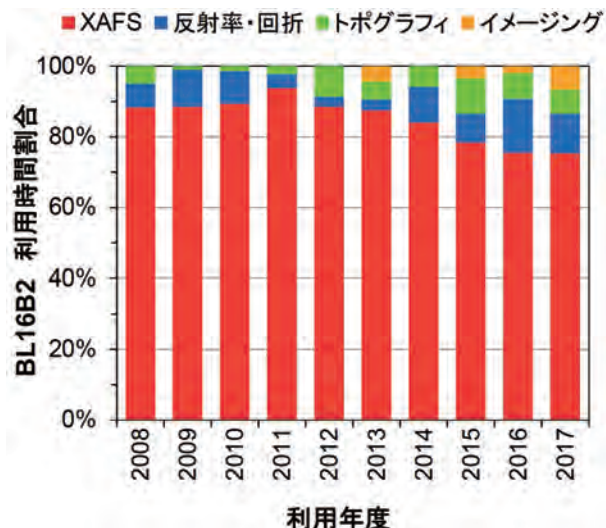


図3 利用研究課題の測定手法の推移

体、Liイオン二次電池、銅材や蛍光体、排ガス浄化触媒など幅広い分野へ適用されている。

一方、測定手法はXAFSが7割以上を占めるが、2016年度に比べると2017年度はイメージングの割合がやや増加した。これはイメージング測定のニーズの高まりと、これに対応したX線CTおよびラミノグラフィ用高精度試料ステージの導入や測定、解析環境の整備の相乗効果によるものと考えられる。またXAFSについては、透過法XAFSとエネルギー走査X線回折を組み合わせたLiイオン二次電池電極のオペランド解析や、イメージング用検出器を用いた2次元XAFS解析など、他の手法と組み合わせた利用も行われており、今後もこのような複合的かつ高度な測定方法の開発、利用が期待される。

4. サンビーム共同体の成果公開

サンビームで得られた共同体各社の成果は、適時、それぞれが関連する分野の学会や論文で公開されているが、技術開発などサンビーム共同体としての成果を含め、各社が連携して成果をアピールする場として、2001年から開催している「サンビーム研究発表会」と、2011年度から公開技術報告書として発刊している「サンビーム年報・成果集」がある。

2017年度の第17回サンビーム研究発表会は第14回Spring-8産業利用報告会（8/31-9/1、川崎市産業振興会館）として合同開催され、サンビームからは口頭5件（以降、BL16XUとBL16B2の合計件数）、ポスター28件の発表を行った。このうち口頭3件とポスター1件が、同報告会の優秀発表賞を受賞している。

サンビーム年報・成果集は、2018年3月にVol.7が発刊された。共同体各社による24編の成果報告論文に加え、共同体の活動報告、サンビーム研究発表会の抄録、成果発表一覧が掲載されており、共同体関係者のほかSpring-8産業利用報告会や施設公開などの場で広く一般

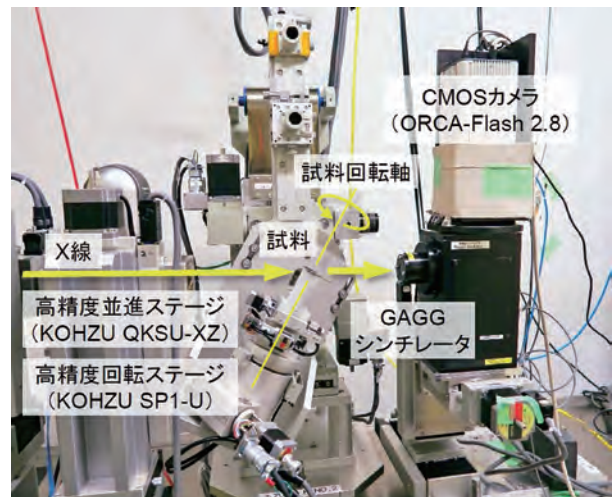


図4 ラミノグラフィ測定のセッティング

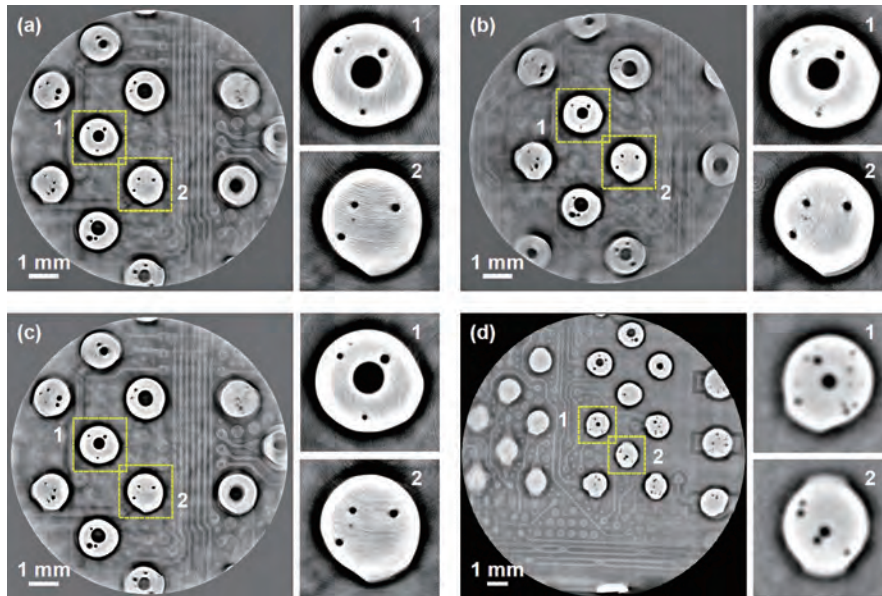


図5 電子基板のラミノグラフィ再構成像

(a) 新規導入ステージ（連続スキャン）

(c) 新規導入ステージ（ステップスキャン）

(b) 従来の汎用ステージ（連続スキャン）

(d) マイクロフォーカスX線CT装置（SMX-160LT）

の方々にも配布している。サンビーム年報・成果集を含む共同体の成果は、サンビーム共同体のホームページでも公開している^[1]。

5. 研究・技術検討事例

2017年度は、イメージング測定の機能向上を目的として、平板試料でX線CT観察を行うためのラミノグラフィシステムの導入、立ち上げを行った^[2]。これにより、これまでBL16B2のX線CTでは観察できなかった、電子基板などの平板試料の観察が可能になる。

ラミノグラフィシステムでは、平板試料が回転しても透過光量が大きく変化しないよう、X線の透過軸に対して試料回転軸を傾斜させる必要がある。このため、試料重量等によらず傾斜回転軸の偏心が無いよう、偏心精度1 μm 以下の高精度回転ステージと、試料位置調整用の高精度自動並進ステージを導入した。さらに装置の切り替えおよび調整の迅速化のため、これらを3次元観察専用ユニットとして構築した。また制御系についても、トリガーパルス出力が可能なステッピングモーターコントローラを導入することで、従来のステップスキャン測定よりも高速な連続スキャン測定に対応させた。なお、制御ソフトウェアについては兵庫県ビームラインから提供いただいたほか、再構成アルゴリズムはSPRING-8内で開発されたものを使用しており、他のビームラインで再構成したデータとの整合性を確保している。

導入されたラミノグラフィシステムの性能評価のため、ICチップを搭載した電子基板を観察した（図4）。X線のエネルギー52 keV、試料回転軸の傾斜30°、積算時間1秒で0.1°ごとに3600枚の画像を取得し、測定時間は

連続スキャンで1時間30分、ステップスキャンで4時間30分であった。再構成で得られた断層像の一部を、実験室のX線CT装置（SMX-160LT）による結果を含めて図5に示す。（a）新規導入した高精度ステージと（b）従来のステージを比較すると、いずれもハンダ内で最小10 μm 程度のボイドまで観察できるが、前者の方がアーティファクトは少なく、微小なボイドの形状まで鮮明に観察できている。次に（c）ステップスキャン測定と比較すると、有意な画質の差は認められず、連続スキャンによって測定効率が大幅に向上することを確認できた。最後に（d）実験室装置と比較すると、特に小さなボイドではBL16B2の方が圧倒的に鮮明で、実効的な分解能が高いことを確認できた。

今回のラミノグラフィシステム導入により、X線CT・ラミノグラフィ測定の高精度化、高速化、高効率化を実現できた。2018年度にはイメージング測定の大視野化、高分解能化を目指した設備導入を予定しており、本システムとの組み合わせでさらなる成果創出が期待される。

参考文献

- [1] 産業用専用ビームライン建設利用共同体研究成果公開ホームページ
<https://sunbeam.spring8.or.jp/>
 [2] 高尾 直樹:サンビーム年報・成果集, 7, p.p. 16-19, (2018).

サンビーム共同体 2018年度合同部会長

株式会社東芝 吉木 昌彦