



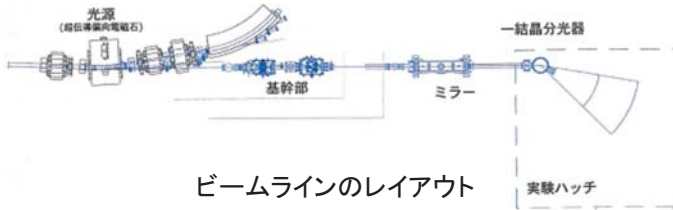
# 薄膜X線回折ビームライン(BL8S1) -概要-

AichiSR

## ビームラインの概要



BL8S1全景 (2014年頃撮影)



ビームラインのレイアウト

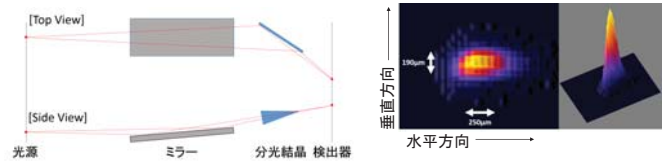
表: X線のパラメータ

エネルギー(keV)	9.15	14.37	22.7
光子数(Photons/sec)	$3 \times 10^{10}$	$1.5 \times 10^{10}$	$3 \times 10^9$
分解能(E/ΔE)	> 2000		
分光結晶	Si 1 1 1	Ge 2 2 0	Ge 4 0 0
ミラー	Pt coated, 3.5mrad		
ビームサイズ(半価幅、試料位置)	H 0.5mm × V 0.2mm		
ビームサイズ(半価幅、焦点位置)	H 0.25mm × V 0.19mm		

BL8S1は、超伝導偏向電磁石光源により光が導入され、ベントプレーンミラー、非対称ヨハン型分光器の光学系からなるビームラインである。基本性能は表に示すとおりで、測定に応じて実験ハッチ内のスリットでビームを整形している。

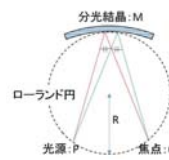
装置はリガク製SmartLabのシンクロトロン光仕様の改造機が整備されている。表面すれすれ入射条件を利用した薄膜評価や半導体薄膜の結晶性評価、構造変化の解析、応力測定などが行える。

## ビームプロファイル

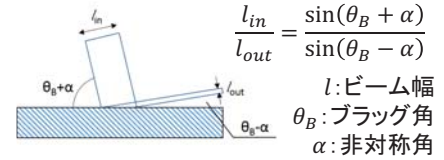


BL8S1の縦横集光イメージ

検出器位置でのビーム形状



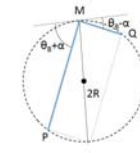
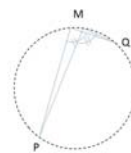
参考:ヨハン型分光器



参考:非対称反射によるビームの圧縮

$$\frac{l_{in}}{l_{out}} = \frac{\sin(\theta_B + \alpha)}{\sin(\theta_B - \alpha)}$$

$l$ :ビーム幅  
 $\theta_B$ :ブラッグ角  
 $\alpha$ :非対称角



光源P、分光結晶M、焦点Qがローランド円上にのるための条件、

$$PM = 2R \sin(\theta_B + \alpha)$$

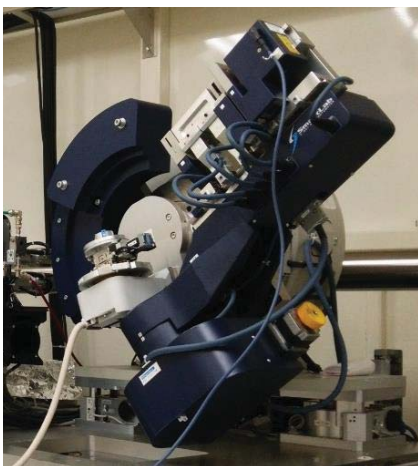
$$MQ = 2R \sin(\theta_B - \alpha)$$

図:非対称ヨハン型分光器

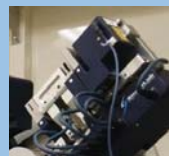
垂直方向はミラー、水平方向は分光結晶を用いてビームを集光している。ヨハン型分光器により集光することで高輝度かつ高分解能なビームを得る。また、非対称反射を用いることでビームの幅を圧縮して、集光によるビーム発散角の増大を抑えている。

ただし、分光結晶と光源、焦点位置との距離は一定なので、エネルギー毎に最適な非対称角の結晶を用意しなければならず、エネルギーの変更は結晶の切り替えによって行っている。

## 測定装置



リガク製SmartLab回折計(放射光仕様)



シンチレーションカウンタ



PILATUS 100K(横配置)



PILATUS 100K(縦配置)

検出器



RxRyステージ

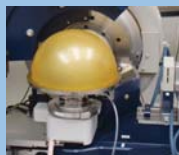


χφステージ



XYステージ

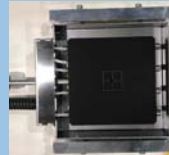
ステージ



カプトドーム  
(ガス雰囲気、室温)



雰囲気セパレータ  
(ガス雰囲気、室温)



ウエハホットチャック  
(大気中、室温 ~ 300°C)



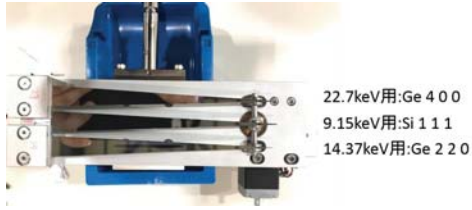
試料加熱セル  
(ガス雰囲気、室温 ~ 900°C)

温度、  
雰囲気制御

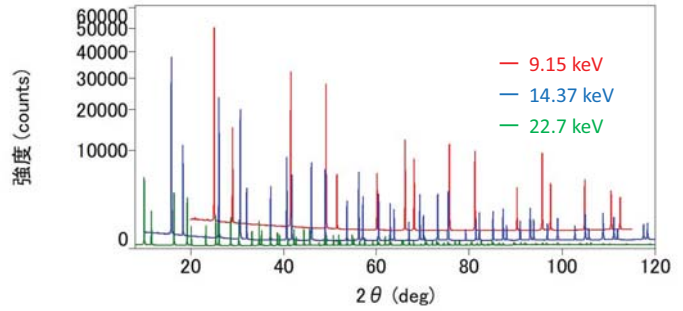


# 薄膜X線回折ビームライン(BL8S1) -成果例-

## 3連分光結晶の導入



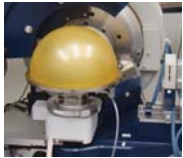
写真：3連分光結晶(左)，分光結晶ホルダー(右)



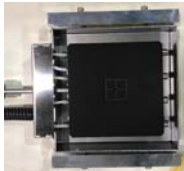
グラフ：CeO<sub>2</sub>粉末回折プロファイル

BL8S1ではエネルギーの変更を結晶の切り替えによって行っている。3連分光結晶(写真)がBL8S1に導入されたことにより、分光器チャンバーを開放することなく3つのエネルギー(9.15keV、14.37keV、22.7keV)の切り替えが可能となった。これにより、エネルギー切り替えに伴う調整時間が短縮され、供用可能なシフトが増加した。各エネルギーで測定した酸化セリウム(CeO<sub>2</sub>)粉末の回折プロファイルを右上に示す(グラフ)。

## 試料加熱装置、ガス雰囲気セルの整備



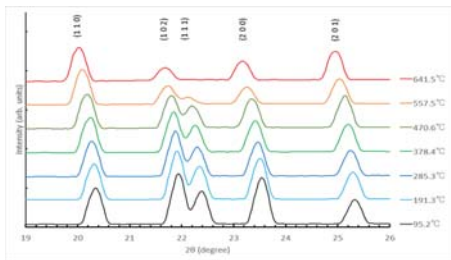
カプトンドーム  
(ガス雰囲気、室温)



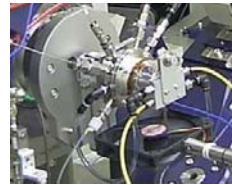
ウエハホットチャック  
(大気中、室温～300℃)



雰囲気セパレータ  
(ガス雰囲気、室温)



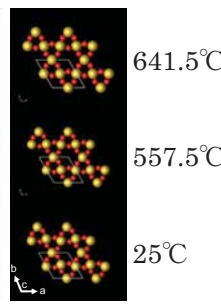
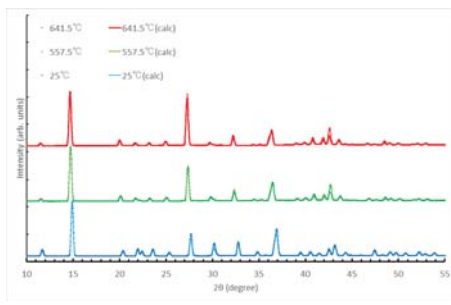
グラフ：石英(SiO<sub>2</sub>)の高温回折プロファイル



写真：試料加熱セル  
(ガス雰囲気、室温～900℃)

BL8S1では試料加熱測定とガス雰囲気測定に対応した装置の整備に取り組んできた。

試料加熱セル(写真)を用いた測定事例として、石英の高温回折を紹介する。石英は573℃でα相(空間群P<sub>3</sub>2<sub>1</sub>)からβ相(空間群P6<sub>2</sub>22)へ転移する。

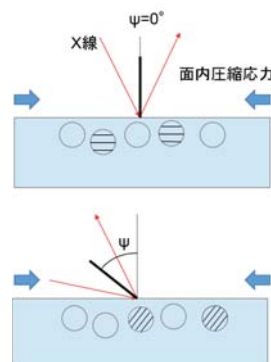
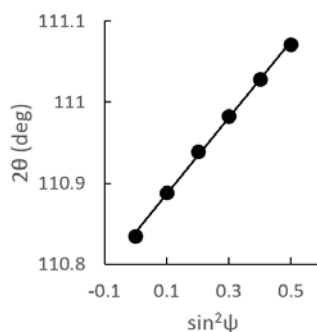
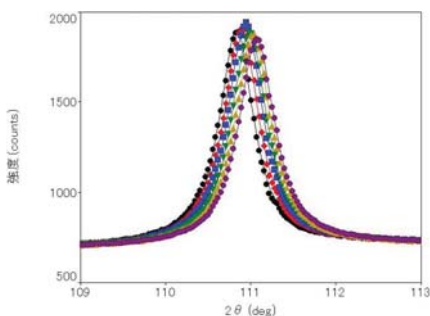


図：リートベルト解析結果と結晶構造(リガク製 PDXL2使用)

左上に回折プロファイルの温度依存性を示す。温度が上昇すると111回折強度が弱くなっていくのが分かる(グラフ)。

左図は広範囲の回折プロファイルでリートベルト解析を行い、原子位置を求めた結果である。25℃と557.5℃はP<sub>3</sub>2<sub>1</sub>、641.5℃はP6<sub>2</sub>22で解析した。25℃から557.5℃で原子配列が6回らせん軸対称に近づいていることが分かる。

## ～測定事例～ X線残留応力測定



- 2θ-sin<sup>2</sup>ψグラフから傾きMを求める。
- 応力定数Kを計算する。
- 応力σ = KMが求まる。

※ Kは

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{\pi}{180} \cot \theta_0$$

- E: ヤング率
- ν: ポアソン比
- θ<sub>0</sub>: 無ひずみ回折角

図：sin<sup>2</sup>ψ法測定データ(左図)と2θ-sin<sup>2</sup>ψ線図(右図)

試料: S45C材、測定エネルギー: 14.37keV、回折面: (5 2 1)  
475 ± 15 MPa (面内圧縮応力)

X線残留応力測定法は材料中の結晶の格子面間隔から材料に働いている応力を求める方法。表面(X線侵入深さ、通常10μm程度)の残留応力を非破壊で測定できる。