# BL19B2 産業利用 I

### 1. 概要

産業利用ビームラインは、BL19B2、BL14B2および BL46XUの三本が稼動しており、それぞれのビームライン の実験装置および光源の特徴を活かした実験を実施してい る。BL19B2ではX線イメージング装置、多軸回折計、大 型デバイシェラーカメラおよび超小角散乱装置が整備され ている。

2008年度において、X線イメージングはユーザの拡大を 目的としてX線トポグラフィ実験装置を立ち上げた。汎用 性が高い多軸回折計は様々な実験に柔軟に対応すべくソフ トウェア・ハードウェアの充実を図った。大型デバイシェ ラーカメラは、全自動試料交換・測定システムを用いた実 験の省力化・ハイスループット化実現に向けて、装置設置 以来最大級の改造に着手した。超小角散乱装置は、通常の 小角散乱実験も可能になり、非常に広いqレンジを測定す ることができるようになった。さらに、測定装置各装置の 制御プログラムをSPECで統一し、制御プログラム開発能 率と操作性の向上を図った。詳細を以下に示す。

### 2. X線トポグラフィ装置

2008年度、BL19B2の第二実験ハッチに既設のHuber社 製多軸回折装置と二次元検出器を用いたX線回折イメージ ング(X線トポグラフィ)実験装置を立ち上げた。実施例 としてFZシリコン中のA欠陥観察を示す(重点産業利用課 題2008A1815)。図1の右の像はX線のエネルギーを23keV、



図1 FZシリコン中のA欠陥の分布を示すX線トポグラフ像。通常のX線トポグラフ像(左)、動力学的回折を抑制したX線トポグラフ像(右)。

回折面指数を880および試料厚さを約0.2mmに最適化して A欠陥以外からの動力学的回折強度を抑制し、A欠陥から の微弱な運動学的回折像を検出するセクショントポグラフィ<sup>[1]</sup>により得られたものである。図中の白色の領域は検 出強度が強い部分を示したものであり、A欠陥が横方向に 分布していることがわかる。一方、左の図は動力学的回折 像を含む一般的なトポグラフ像であり、A欠陥由来の回折 強度のコントラストが相対的に低く検出感度が低下してい る。以上のように、今回立ち上げたX線回折イメージング (X線トポグラフィ)実験装置をもちいて欠陥からの微弱 な回折像を感度よく測定することが可能となった。

# 参考文献

[1] K. Kajiwara et al.: Jpn. J. Appl. Phys, **44** (2005) 4211-4212.

## 3. 多軸回折計

第二ハッチ上流側にはHUBER社製多軸回折計が設置されている。2008年度は17件(計114シフト)の利用課題と 1件の研修会(薄膜研修会)を実施した。実施課題の内訳 は有機薄膜の微小角入射X線回折/散乱・反射率測定・反 射小角測定が約70%を占め、コンクリート材料のin-situ透 過X線回折が約15%、ステンレス溶接部の残留応力測定な どその他が15%であった。

回折装置の経年劣化により軸駆動、特にφ軸の駆動がや や不安定になり実験効率が低下してきたため、χ軸に取り 付けられているφ軸用電極とモータードライバーの全面的 な交換を行った。その結果、φ軸駆動が安定し、測定の自 動化も進展した。本年は、約55手順ある薄膜試料アライメ ント作業の完全自動化やアッテネーター自動切替測定を実 現し、薄膜試料測定の能率を最大で4倍に高めることがで きた。

多くを占める有機薄膜課題では、リソグラフィー用レジ スト膜中の酸発生材分布<sup>[2]</sup>、液晶ディスプレイの構成部材 であるラビング処理を施した液晶配向膜表面の構造解析<sup>[3]</sup> と配向膜上に蒸着した液晶層の構造・配向評価<sup>[4]</sup>、オレ フィン・ポリプロピレン・ポリエチレンテレフタレートフ ィルムの表面構造解析などを実施し、蒸着液晶層の実験は The 15<sup>th</sup> International Display Workshopsにおいて Outstanding Poster Paper Awardを受賞した。コンクリ ート材料課題では、ユーザーと共同で放射光高エネルギー X線を利用した水熱反応過程のin-situ計測セルおよび測定 技術を開発し<sup>[5]</sup>、水熱条件化でのトバモライト生成過程 をイメージングプレート・PILATUSを用いてその場観察

# 大型放射光施設の現状と高度化

## を行った。

また微小角入射X線回折/散乱法とX線反射率法を対象 とした薄膜試料研修会を開催し、7グループの参加者に講 習・持ち込み試料による実習を実施した。

### 参考文献

- [1] T. Fukuyama et al.: Jpn. J. Appl. Phys. **48** (2009) 06FC03.
- [2] I. Hirosawa et al.: IEICE trans. electron, E92-C (2009) 1376-1381.
- [3] T. Koganezawa et al.: IEICE trans. electron, **E92-C** (2009) 1371-1375.
- [4] J. Kikuma et al.: J. Synchrotron Rad., **16** (2009) 683-686.

#### 4. 粉末回折装置

第二ハッチ下流に設置されている粉末回折装置(大型デ バイシェラーカメラ)では、2009年度完成予定の全自動試 料交換・測定システムを用いた実験の省力化・ハイスルー プット化実現に向けて、装置設置以来最大級の改造に着手 した。2008年度はその第一段階として、年度初頭に、試料 自動センタリング機構(図2)を導入し、2008B期よりユ ーザ供用を開始した。これまでは、試料キャピラリをゴニ オメータヘッドにとりつけて実験者が試料観察用CCDカ メラの像を見ながら手動で試料センタリングを行ってい た。この機構は、位置調整2軸・傾斜調整2軸および試料 回転1軸からなる小型5軸ステージと、試料観察用CCD カメラ2基で構成される。このCCDカメラは、物体の形 状や位置を認識できる機能を有しており、これと5軸ステ ージを組み合わせて、試料の位置や傾きを数秒で自動調整 することが可能となった(従来は3~5分を要していた)。 また、CCDカメラにはワークディスタンス350mmの長焦 点距離レンズを取付けた。これによって、その後導入され る試料搬送ロボットや既存周辺機器(温度変化装置等)と の干渉を回避し、装置拡張性を保ったまま、ユーザの利便 性を向上させることができた。2008年度末には、試料搬送 ロボット(図3)が設置された。

この改造によりゴニオメータヘッドが不要になったた め、試料キャピラリを保持する試料ホルダーの更新も行っ た。新たに導入した試料ホルダーは、従来の試料ホルダー の底部にバナナチップ型のバネを取り付けたもので、試料 交換は試料自動センタリング機構の最上面にある円筒状パ イプにバネ部分を差し込むだけで完了する。以上のように 試料自動センタリング機構と新型試料ホルダーの導入によ り、試料交換作業の省力化と効率化を実現できた。

X線検出器は従来通りイメージングプレート(IP)を用 いているが、ハイスループット化に対応するため、スリッ トの改造を行い1枚のIPに従来の倍以上のデータ(最大30 データ)が記録できるようになった。また、IPに記録され た大量のデータを短時間で一括処理できるように、フリー



図2 試料自動センタリング機構(左下:小型5軸ステージ近 影。赤:位置および傾斜調整4軸、青:試料回転1軸)



図3 試料搬送ロボット (左:装置全景 右:装置近影)



図4 極小角X線散乱測定時(左)と小角X線散乱測定時(右)の第三ハッチ内のレイアウト

ソフトウェアImageJのプラグインファイルを開発し、測 定後のデータ処理についても省力化を実現した。

### 5. X線小角散乱装置

BL19B2では中尺ビームラインであるその長いビームラ イン構成を利用することでカメラ長約40mの極小角X線散 乱(USAXS)装置を構成することが可能である。試料は第 二ハッチの多軸回折装置の試料ステージにセットし、第三 ハッチに二次元検出器とビームストッパを設置して、第二 ハッチと第三ハッチをつなぐ輸送管をカメラに用いる。検 出器は本年度から二次元ピクセル検出器PILATUS-100K を標準として使用している。入射X線エネルギーは18~ 30keVを用いており、測定可能なデータの波数領域は q=0.005~0.2nm<sup>-1</sup>程度の極低波数域で、約数100nm程度の 構造体の評価が可能である。本年度は第三ハッチの中でカ メラ長2~3m程度の通常の小角X線散乱 (SAXS) 実験も できるように整備した。検出器は第三ハッチの最下流に固 定し、USAXSを実施する際には試料はこれまでどおり第 二ハッチにセット、SAXSを実施する際には第三ハッチ内 の3mの可動式大型ステージ上に設置する。SAXS測定時の カメラ長は上記の試料を設置した大型ステージを移動する ことで調整可能であり、それぞれのレイアウトにあわせた 直径20cmの真空パスも用意した(図4参照)。USAXSから SAXS、またその逆にレイアウトを変更するには試料周り の環境によるが大体約3時間程度で可能であり、1課題で 2日(6シフト)確保できれば余裕を持ってUSAXSと SAXSの両条件で実験を実施することができる。図5に USAXSとSAXS両方のレイアウトを併用して測定したゴム 中に分散したシリカ微粒子の小角散乱データを示す。両方 のレイアウトを併用し、そのデータをつなぐことで波数領 域g=0.005~2nm<sup>-1</sup>程度と非常に広いgレンジを測定するこ とができる。これにより、数nmから数100nmのサイズの構 造体を評価可能なデータを取得することが可能となった。



図5 ゴム中に分散したシリカ微粒子の小角散乱データ。青で 示しているのが極小角散乱データ、赤が小角散乱データ。

産業利用推進室 産業利用支援グループ 梶原 堅太郎、三浦 圭子 小金澤 智之、廣沢 一郎 佐藤 眞直、大坂 恵一