

BL19B2 産業利用 I

1. 概要

産業利用ビームラインBL19B2には産業界の多様なニーズに応えるために、X線イメージング装置、多軸回折計、粉末回折装置および小角散乱装置といった複数の実験装置が整備されている。また、新規利用者でも容易に実験が実施できるような実験環境の構築に力を入れている。2009年度は、X線トポグラフィ装置による格子欠陥の3次元分布観察や、多軸回折計に大口径ソーラースリットと2次元ピクセル検出器を組み合わせ、有機薄膜試料の広い逆格子空間を測定することが可能になった。デバイセラーカメラ（粉末回折装置）は、大幅なハイスループット化を行い、2009年11月より測定代行の申し込み受付を開始した。小角散乱装置では、大面積の2次元ピクセル検出器を導入し、散乱方位角を360度全周測定することが可能となった。また、ビームラインのホームページの内容を充実させて、よりユーザーフレンドリーな環境を整えた（<http://support.spring8.or.jp/bl19b2.html>）。以下に各実験装置の状況を報告する。

2. X線イメージング装置

2009年度は測定に加えて解析技術の整備にも注力し、画像処理ソフトウェアの情報やマクロをホームページにて提供した。このソフトウェアを用いて測定データに画像処理を施した後にCT（Computed Tomography）の再構成を行い、大幅に画質を向上させることができた。また、前年度から供用を開始したX線トポグラフィのユーザーの拡大を目的として、3次元X線トポグラフィ実験を行う環境を整備した。通常のX線トポグラフィは、格子欠陥分布の2次元投影像であるが、セクショントポグラフィ像（断面トポ

グラフィ像）を積層することで格子欠陥の3次元分布を知ることが可能である。図1は観察例である。この図ではチョクラスキー法（回転引き上げ法、以下ではCZ法）で育成されたシリコン単結晶中の転位線の3次元分布を示しており、再構成された3次元像を回転させて表示している。図中、黒い線状で示されているのが転位線である。これらの図において、引き上げ方向から見た図（90°）は通常のX線トポグラフィでは観察が不可能なものであり、この図から転位線が外周部に存在していることなど新しい知見を得ることができた。

3. 多軸回折計

2009年度は、本装置の課題で半数以上を占める有機薄膜試料からの回折を広い逆格子空間で測定するために、図2に示すような大口径ソーラースリットと2次元検出器PILATUS100Kを組み合わせた測定系を立ち上げた。

これまで有機薄膜の微小角入射X線回折測定では0次元検出器を使用していたが、2009年度には、図2に示すような大口径ソーラースリットと2次元検出器PILATUS100Kを組み合わせた測定系の立ち上げを行い、配向した有機薄膜の広い逆格子空間を短時間で測定することが可能になった。図3に、この装置で測定したシリコン基板上に真空蒸着法で作製したペンタセン薄膜（平均膜厚2 nm、被覆率38%）の回折パターンを示す。Qz（試料面法線方向の散乱ベクトル成分）の0から13付近までの測定効率は100倍以上になった。これにより、従来の装置ではQz=0付近しかできなかった測定が、より高いQzまで測定できるようになり、多くの回折線を観測することが可能になった。こ

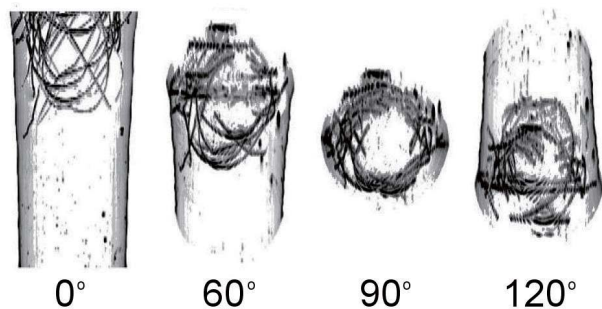


図1 CZシリコン結晶ネック部の3次元転位分布（課題番号2009B1898）。CZシリコンの引き上げ方向は[001]方向であり、ネック部の直径は3 mm程度であった。X線のエネルギーは35 keV、回折面は004回折および入射ビームサイズは縦方向0.02 mm、横方向6 mmで測定した。

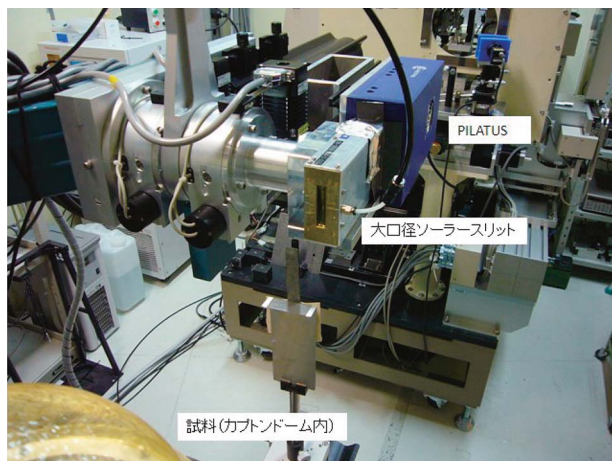


図2 大口径ソーラースリットとPILATUS100Kを組み合わせた広域逆格子空間測定系。

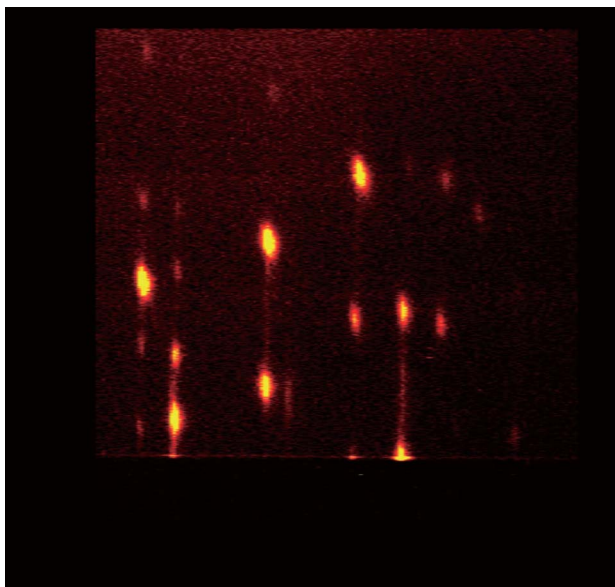


図3 真空蒸着法で作製したペンタセン薄膜の回折パターン。

の回折線の位置と強度から、作製したペンタセン薄膜が、単結晶構造解析から報告されている結晶構造をとり、 c^* 軸が基板法線方向と平行であることが明らかになった。

4. 粉末回折装置

第2ハッチに設置されている粉末回折装置（大型デバイセラーカメラ）では、「全自動試料交換・測定システム（通称：JukeBox, 図4）」を構築し、2009年4月から供用を開始した。この装置には最大100個の試料を装填でき（図4）、試料交換やセンタリングおよび試料温度制御がす

べて自動化された。そのため、実験に要する時間が短縮され、従来の約2倍の効率で測定できるようになった。同時に、大幅な省力化も達成され、少人数でも1日で200個以上の試料を測定することも可能になった。ユーザインターフェースにはMicrosoft Excelを利用し、装置の予備知識がなくても直感的に操作できるユーザフレンドリーな環境を整備した。更に、様々な実験条件にも対応できるように試料低温・高温装置（図4）および湿度制御装置（図5）を整備した。

また、初心者の技術習得や新規ユーザ開拓を目的として、本装置を用いた定期的な研修会開催（2009年6月および12



図5 湿度制御（HUM-1使用）実験時の試料周辺設定（課題番号2009B206）。UV感光性ポリイミド製の平板状試料ホルダーと湿度吹き付け部を新規に整備した。試料ホルダーの試料導入部は幅0.3 mm、長さ4 mmおよび深さ0.05～0.10 mmである。

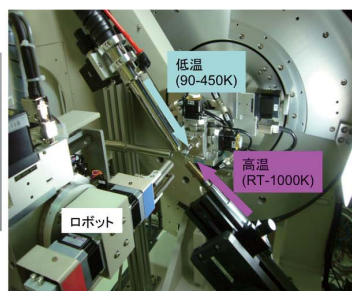
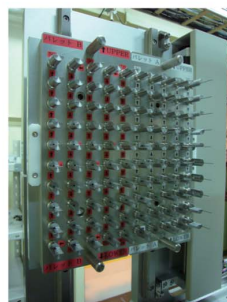
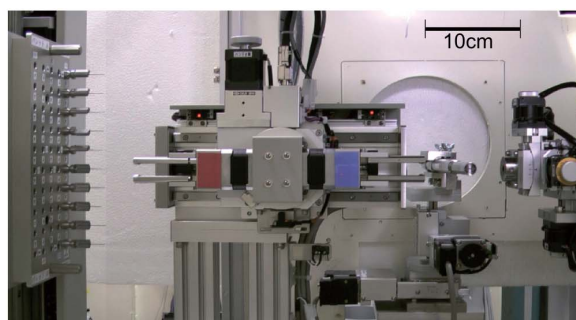


図4 全自動試料交換・測定システムJukeBox。上段：装置近影 下段左：装置に装填された100個の試料 同中：試料ホルダー 同右：試料低温および高温装置

月)やホームページの更新を行った。ホームページでは、装置の利用方法を紹介する動画やソフトウェア情報を提供している。

更に、2009年11月より、粉末回折の測定代行の受付を開始した。粉末X線回折の測定代行においても随時受付、2時間単位利用など、先行するBL14B2でのXAFS測定代行と同様な制度を採用している。当面は大気圧・室温での測定のみを対象としているが、今後、温度変化にも対応する予定である。

5. X線小角散乱

2009B前期まで小角散乱の検出器は2次元ピクセル検出器PILATUS-100Kを使用していたが、2009B後期から大検出面積(253.7 mm×288.8 mm)PILATUS-2Mの利用を開始した(図6)。PILATUS-2MはJASRI制御・情報部門が開発し2009年9月に完成したものである。PILATUS-100Kの場合、検出面積(83.8 mm×33.5 mm)の制限から、測定できる散乱方位角が約20度程度と狭いため、異方的な散乱パターンを持つ試料への適用が難しかったが、PILATUS-2Mを利用することで散乱方位角を360度全周測定が可能となった。観察例として、図7に高分子ブロック共重合体のマイクロ相分離構造を利用したフォトニック結晶の極小角散乱パターンを示す(課題番号2009B1791)。PILATUS-2MはPILATUS-100Kの検出素子を横3個×縦8個=計24個並べて大面積化しており、データ中の白線のグリッドはその素子の隙間によって生じたものであるため、必要に応じてPILATUS-2Mを設置している自動ステージを走査して補間している。この改良により異方的な構造を有する試料のUSAXSも測定できるようになった。

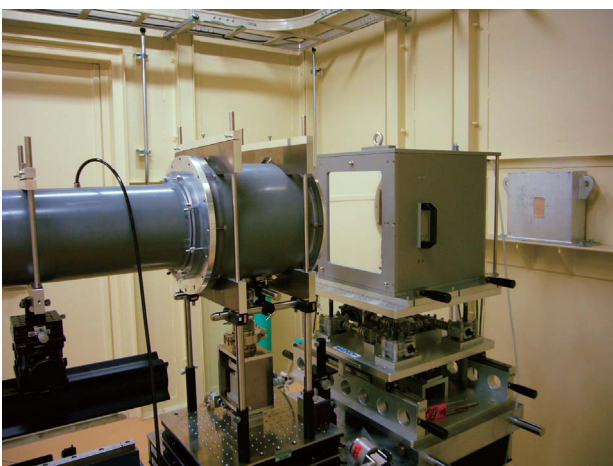


図6 極小角散乱装置に設置したPILATUS-2Mのレイアウト

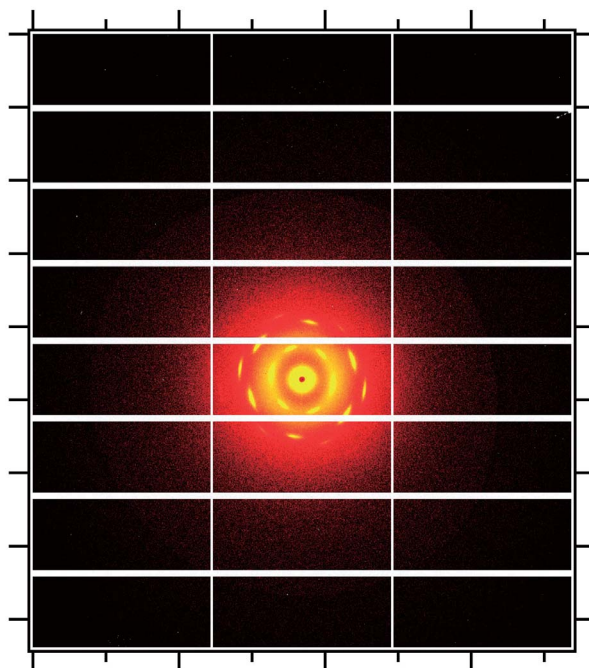


図7 PILATUS-2Mを用いて測定した、高分子ブロック共重合体のマイクロ相分離構造を利用したフォトニック結晶の極小角散乱データ。

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