

## BL08B2 兵庫県

### 1. はじめに

兵庫県ビームラインBM (BL08B2) は、BL24XUとともに放射光の産業利用推進を目的としており、様々な産業界ユーザーに対して利用されてきた。以下に本ビームラインが保有する各実験ステーションについての現状を報告する。また本ビームラインは設置利用を開始して2010年に5年目を迎える。次期フェーズに向けた新たな機能整備についても取り組んでおり、これらに関しても報告する。

### 2. 実験ステーションの現状

#### (1) 小角X線散乱 (SAXS)

SAXSステーションは、タンパク質や高分子等のソフトマテリアルやナノ粒子コンポジット材料中の長周期構造の評価を目的として整備してきた。Normal-SAXSでは500~6,000 mmのカメラ長が利用可能であり、特に6,000 mmのカメラ長を選択した場合には、波長1.5 Åの場合において、 $q_{\min} = 0.018 \text{ nm}^{-1}$  ( $d \sim 350 \text{ nm}$ ) の領域まで測定可能である。本装置では二本の真空パイプの平行配置と退避機構を備えており、カメラ長を迅速かつ容易に変更することが可能である。また、BL08B2が有する実験ハッチのタンデム配置の特徴を活かし、二つの実験ハッチを同時利用するカメラ長16000 mmの極小角X線散乱 (Ultra-SAXS) 測定が可能である。このカメラ長を利用することで、波長1.5 Åの場合において $q_{\min} = 0.007 \text{ nm}^{-1}$  ( $d \sim 900 \text{ nm}$ ) の領域が測定可能となり、極小角領域に生じる超長周期構造を評価対象とすることができる。Normal-SAXS、Ultra-SAXSの他に、結晶性評価を同時に行うSAXS/WAXS同時測定や、薄膜試料のSAXS測定を可能とする斜入射SAXS (GI-SAXS) 装置を整備している。

#### (2) XAFS

兵庫県ビームラインBL08B2におけるXAFSステーションでは、4~70 keVの広いエネルギー範囲で実験を行うことができる。これまで電池、触媒などの分野の開発研究に利用されてきた。

高精度測定を可能にするため、光学系輸送チャンネルでは二結晶分光器の前後にコリメーションミラーと集光ミラーを配置した構成としている (BL01B1相当)。この配置は小角X線散乱運転時でも利用する。

測定手法としては、透過法用に、ガスフロー型イオンチェンバーとフロー用ガス各種 (He, N<sub>2</sub>, Ar, Kr, また、それらの混合ガス) を用意している。また、蛍光法用に、

ライトル検出器と19素子Ge半導体検出器、表面敏感なXAFS測定向けに転換電子収量検出器を用意している。クライオスタットを利用することで10Kから室温までの範囲での試料温度の設定も可能である。薄膜試料等の斜入射蛍光XAFS用に $\theta - 2\theta$ 回折計が使用可能である。時分割Quick XAFS法 (QXAFS) による、XAFS測定も提供している。また電池及び触媒開発においてXAFSによるその場観察に対応するため、応性ガスの設備を提供している。

#### (3) 単色X線トポグラフィ

本実験ステーションは、次世代の半導体材料 (SiC結晶など) の高品質化の研究開発において活用されてきた。単色ワイドビーム (サイズ 50 mm 幅) を利用し、大面積ウェーハの撮像が可能である。また薄膜層のトポグラフィ評価が行えるよう、全反射配置を可能とする多軸構成である精密ゴニオステージも整備している。検出手段としては、オフ・ブラッグ条件において高密度 ( $10^4 \text{ cm}^{-2}$ ) の格子欠陥を観察するために、原子核乾板を撮像手段とした測定系が利用できる。所望の反射の調整を容易に行えるよう、フラットパネルセンサをゴニオステージに組み込んで利用することも可能である。

#### (4) イメージング、CT

2009B期より、偏光電磁石光源のワイドビームによる屈折コントラストイメージング、コンピュータイドトモグラフィ (CT) の利用を開始した。利用可能な光子エネルギーは4~30 keVである。試料ステージは高精度自動並進、スイベル、回転ステージで構成されている。検出器にはX線用蛍光スクリーンとCCDカメラの組み合わせた間接撮影型X線カメラを用いており、最大観察視野20 mm (W) × 13 mm (H)、実効画素サイズ5 μm程度で撮影可能である。図1に発泡体 (スポンジ) のCT画像再構成の結果を示す。

#### (5) 粉末X線回折

放射光の平行ビーム利用を考慮し、高角度分解能データが取得できる装置を整備した。カウンター検出器タイプとしてアナライザー結晶 (シリコン111 反射) とシンチレーションプローブを組み合わせた検出チャンネルを採用し、これにより検出角度分解能の高性能化を実現した (角度分解能性能として約0.005 度)。特に測定の高効率化を図る目的で、2シートテーブル上に4連の検出チャンネルを同時搭載した、いわゆる多連装カウンター配置を有する。

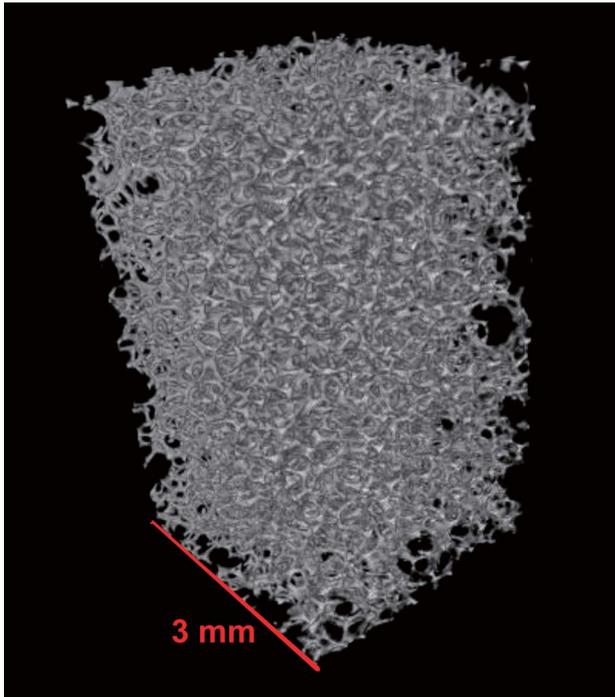


図1 発砲体のCT画像

光子エネルギー 12.4 keV、ビームサイズ 10 mm(W)×7 mm(H)で撮像

各々の検出チャンネル間の $2\theta$ 角度インターバル15度の間隔で試料を見込むよう並べており、これにより15度範囲の角度走査で $2\theta$ として60度範囲の情報取得が可能となる。また湾曲イメージングプレートも搭載可能とし、これによる回折パターンでの撮像も可能である。薬剤等における結晶構造解析や結晶性評価への応用、食品分野における結晶化度の品質評価への応用が行われた。

#### (6) 分析サービスの開始

兵庫県ビームラインが備える汎用的な分析ツールを活用し、産業界ユーザーが放射光を利用し易いシステムを提供するとともに、ユーザーにおける潜在的ニーズの開拓を進めるため、分析サービス事業を開始した。具体的な内容としては、XAFSと小角X線散乱の両測定法をまずは対象とし、これらについて、ビームライン管理組織であるひょうご科学技術協会のスタッフが代行測定を行うこととした。実施は、JASRIの成果専有利用の規定に従った、研究成果非公開での実施である。

### 3. 今後の計画

#### (1) 小角X線散乱

新たな分析ツールとして、目的元素の電子状態や周辺構造の評価が可能XAFSとSAXS/WAXSとの同時測定(Quick-XAFS/SAXS/WAXS同時測定)の整備も現在進めている。本測定法での利用可能なエネルギー範囲を6～25 keVとすることで、触媒材料や電池材料分野での利用

が期待される。これらの装置の他に、加熱試料台、フローセル、溶液散乱用温調試料台、せん断セル、温湿度調整装置等の各種ユーティリティを用意しており、ユーザーの様々な測定ニーズに対応できるよう整備している。

#### (2) 高位置分解能X線イメージング・X線トポグラフィ

イメージングやトポグラフィで得られるデータの位置分解能は、主に撮像手段の性能によって制限を受けてきた。例えば、原子核乾板や、ビームモニター(蛍光体+拡大レンズ)とCCD(CMOS)検出器を組み合わせた撮像手段では、分解能として1  $\mu\text{m}$ 程度が限界となっている。これらの検出器ではダイナミックレンジ性能もそれほど高くない。以上の課題を解決し、より微細な材料内部の構造や結晶性の高位置分解能観察を可能とするため、解像度の高い高分子系の感光材料を試用して、トポグラフィにおける格子欠陥やX線の動力学的効果の撮像を試みる。

#### (3) 高速高角度分解能粉末回折

カウンター検出部においてシリコン結晶であるアナライザーを利用した粉末X線回折装置は高角度分解能性能を有する一方、細かい角度走査を要するため、結果長い測定時間を要する問題があった。ユーザー拡大においては、この性能改善が解決すべき課題であると判断し、隣接するアナライザー結晶間の角度インターバルを現状の15度から2度間隔の多連配置とする改良を検討している。実用的な測定仕様として、結晶多形の評価等への応用が期待される。

今後も産業界ユーザーのニーズに応じて装置や測定手法の改良、解析環境の充実を図りながら、放射光の産業利用の拡大に寄与していきたい。

財団法人 ひょうご科学技術協会  
横山 和司