

BL03XU フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン

1. はじめに

BL03XUは、我が国初のソフトマター専用ビームラインである。日本の代表的化学・繊維企業と大学等の学術研究者で構成される19研究グループで構成された「フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン (FSBL)」^[注1]が管理・運営している。

2010年2月に竣工式を開催し、小角・広角X線散乱の試験的運用を行った後、2010年4月からは、斜入射小角X線散乱 (GISAXS) の試験的運用を開始した。その後10月より、反射率 (XR)、斜入射X線回折 (GIXD) の試験運用を進め、全ての性能を確認できたため本格的な運用を開始している。

2. BL03XU概要

本ビームラインは光学ハッチと第一ハッチ、第二ハッチの二つの実験ハッチを有しており、二つの実験ハッチはタンデムに配置されている。SPRing-8標準型真空封止アンジュレタ及び輸送チャンネルを経由して、光学ハッチ内には、液体窒素循環冷却型のSi (111) 二結晶分光器を配し、下流に縦・横のKBミラーを設置し視斜角を4 mradとして、二次元集光を行っている。また、ミラーコーティング面のRhとPtを使い分けることで0.6 Å~2.0 Åの波長の光を利用することができる。波長変更については、ソフトウェアの整備により、実験条件に応じて容易にユーザーが切り替える事が可能となっている。

上流側の第一ハッチでは高分子薄膜における表面・界面の精密構造解析をターゲットとしており、GISWAXS, XR, GIXD測定のための回折計、真空パス、検出器が設置されている。

一方で、下流側の第二ハッチでは繊維・高分子材料の成形プロセス、サブナノスケールからマイクロメートルスケールまでの広域スケールでの精密構造解析をターゲットとした透過型小角X線散乱 (SAXS) 測定、広角X線回折 (WAXD) 測定の同時測定とそれらと時間分割測定が可能な計測システムが装備されている。

3. 第一ハッチ

3-1 第一ハッチ概要

BL03XUには試料水平配置型薄膜回折計を用いて、入射X線を臨界面角近傍で試料表面に入射するGISAXS, GIWAXS測定、それらの同時測定、さらにXR, GIXD測定が可能な計測システムが装備されている。図1には、試料-検出器

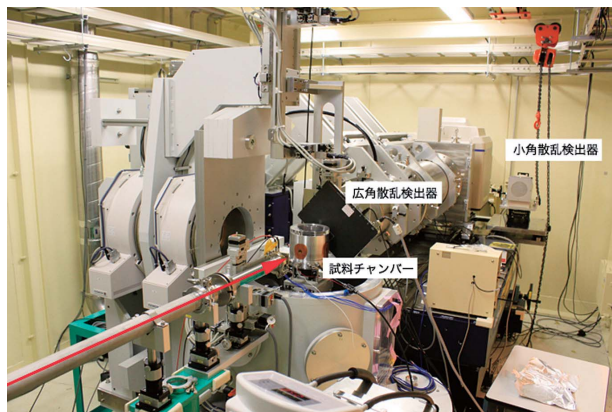


図1. カメラ距離2 mのGISAXS、50 cmのGIWAXS同時測定時のレイアウト。

距離 (カメラ距離) が2 mのGISAXSと50 cmのGIWAXS同時測定のレイアウトを示す。薄膜回折計と組み合わせてGISAXS測定を行うための真空パス架台は、2本の真空パイプ、ビームストップ調整機構チャンバ、検出器自動切り替え機構を有し、カメラ距離は1 m及び2 mの実験が可能である。GISAXS測定用には、イメージングプレートX線検出器R-AXIS IV++とImage intensifier+CCD (II+CCD)、GIWAXS測定用には、Flat Panel Detector (FPD) が用意されている。また、真空パイプを薄膜回折計の真空チャンバと連結させることで、試料部から検出器直前までを同一真空下にする事も可能となり、窓材や空気散乱などの影響の少ないGISAXS測定を実現している。

3-2 試料位置調整システムの構築

斜入射の測定では、試料位置調整が非常に重要となってくる。つまり、入射X線と試料面を平行に調整するため、高さ及びスイベル軸の走査が必要である。そこで、図2に示すようなソーラスリットとSi PINフォトダイオード検出器のセットを真空パス内に設置した。高さ走査やスイベル走査時にはこのセットを光軸上に移動させ、二次元検出器で測定する時にはこのセットを光軸上から退避させることで迅速な試料調整を実現させている。

3-3 反射率 (XR) 測定

XR測定では、回折計2θアーム上に2つの4象限スリットを設置しており、角度分解能を決定するための上流側スリットと、寄生散乱をカットするための下流側スリットとして使用している。検出器は低角度側のSi PINフォトダイ



図2. 試料位置調整のために真空バス内にセットされているソーラースリットとPINフォトダイオード。

ードと広角度側のYAPシンチレーションカウンターを使い分けている。

3-4 斜入射X線回折 (GIXD) 測定

GIXD測定では、薄膜試料からの回折光を効率よく検出するため、 2θ アーム上にブレード間隔が200 μm のソーラースリットの導入を行った。試料のIn planeからOut of plane方向への走査変更の際には、アタッチメントを作成することでユーザーによるソーラースリットの配置変更が容易に可能となった。図3に、厚さ0.01 mmの石英ガラスキャピラリーに封管した二酸化セリアの水平及び垂直方向での(220)面の回折パターンを示す。測定結果から、回折角度 $2\theta_{\text{Horizontal}} = 2\theta_{\text{Vertical}} = 30.302^\circ$ となり、計算結果との比較から 0.002° の確度を実現している。

4. 第二ハッチ

4-1 第二ハッチ概要

第二ハッチでは、0.25 m～4 mのカメラ距離（試料と検出器間距離）変更を小角X線散乱用真空パイプの自動昇降架台を用いて行っている。カメラ距離変更が容易に可能なため、広域スケールの構造評価がユーザー自身によって可

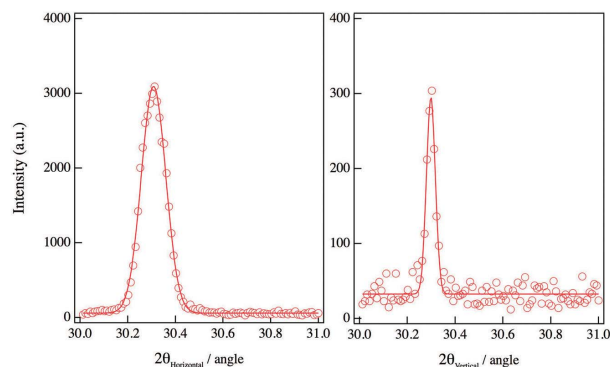


図3. In plane及びOut of plane方向における二酸化セリア(220)の回折パターン。

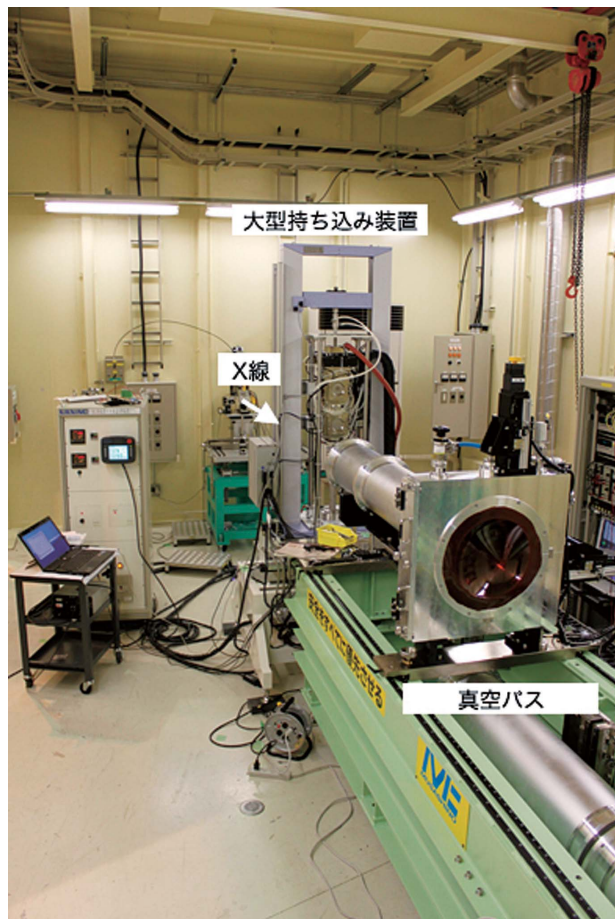


図4. ユーザー持ち込みによる大型装置を使った測定例。

能となっている。

また、特徴的な3 m×3 m×4 mのキネマティックマウントスペースを有しており、ユーザー持ち込みの大型装置による温度変化・力学変形下での *in-situ* 広角及び小角X線散乱測定が実施され始めている（図4）。更に、小角・広角X線散乱測定システムのソフトウェア整備を進めると共に、極小角X線散乱測定システム及びピンホールマイクロビーム測定システムの構築を行った。

4-2 ソフトウェア整備

ソフトウェアとしては、イメージングプレートX線検出器R-AXIS VII++とImage intensifier+CCDの検出器自動切換ソフト、X線照射ダメージ低減のための試料位置連続移動ソフト、外部装置とX線シャッター及び検出器との同期ソフト等を整備した。ユーザビリティを重視したソフトウェアを構築することで、操作性が容易になり、様々な条件下での測定が短時間で行えるようになった。

4-3 極小角X線散乱測定

2nd Slitを第一ハッチ中央に配置し1st Slitと2nd Slitの距離を3 m、2nd Slitと試料直前ピンホールとの距離を3 mとして、スリットの開口サイズを100 μm ×100 μm (Horizontal×

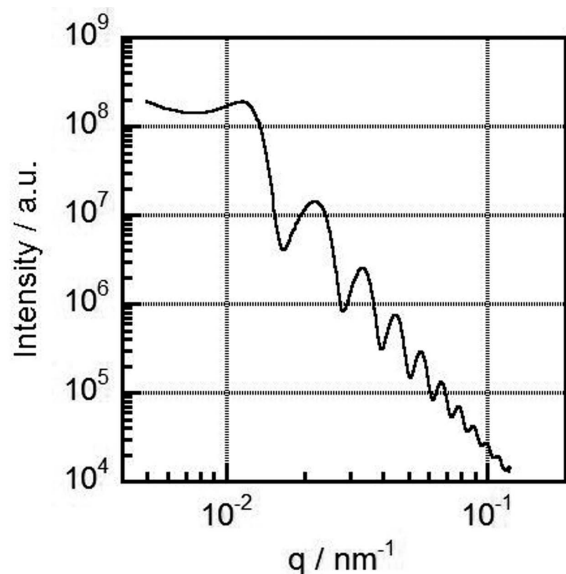


図5. カメラ距離7.7 m、波長0.2 nmの条件で測定した直径570 nmのシリカ微粒子の散乱プロファイル。

Vertical) 程度にした2つのスリットと1つのピンホールによる光学系を導入し、カメラ距離8 mの測定を可能にした。図4に極小角散乱測定法により測定した直径570 nmのシリカ微粒子の散乱プロファイルを示す。波長0.2 nmとすることで $q = 0.006 \text{ nm}^{-1}$ までの小角領域を観測することが可能となっている。極小角X線散乱測定は、2010年10月よりユーザー利用を開始している。

4-4 ピンホールマイクロビーム測定

直径15 μm のピンホールを試料上流に、直径100 μm のピンホールを試料直上流に設置することで半値幅10 μm 、 $10^{13} \text{ ph/sec/mm}^2$ 程度のフラックスのマイクロビーム広角・小角X線散乱測定を達成した。ピンホールマイクロビーム測定は、2010年10月よりユーザー利用を開始している。

【注1】 Sakurai, K. Masunaga, H. et al., *Polymer Journal* **43** (2011) 471-477

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体

代 表 杉原 保則

運営委員長 高原 淳