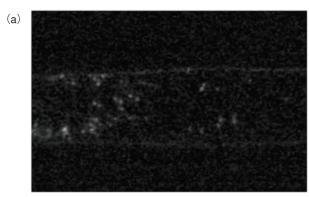
BL19B2 産業利用 I

BL19B2では X線回折・散乱及び X線イメージングの実験を通じて産業分野の研究開発に資することを目的とした利用支援と機器開発に取り組んでいる。多様な産業分野の実験に能率よく対応するため、BL19B2では第一ハッチにおいて X線 CT や透過イメージング、第二ハッチでは粉末 X線回折装置と多軸回折装置を用いた実験、第三ハッチでは小角散乱測定を行っている。以下にそれぞれの技術開発状況を示す。

1. X線イメージング装置

X線イメージングは、第一ハッチではCTや透過イメージング、第二ハッチでは多軸回折装置を用いてX線トポグラフィを実施している。2011年度は、X線トポグラフィを用いた3次元観察技術の画質向上を目指して活動を行った。

X線トポグラフィ観察において転位周辺以外の完全結晶 部分からの動力学的回折像は、転位像を見え難くする不要 なコントラストである。転位周辺で起こる運動学的回折の



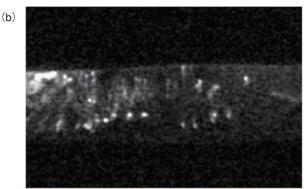


図1 シリコン結晶のセクショントポグラフ像(X線のエネルギーは30 keV及び試料の回折面は(220)面)白い点状のコントラストが転位線の断面図である。(a)本手法で得られたセクショントポグラフ像及び(b)従来のセクショントポグラフ像である。

ロッキングカーブ幅は、完全結晶部からの動力学的回折のそれより広いことを利用して、動力学的回折像を抑制した。 具体的には、回折角度をわずかに変化させながらデジタル検出器でセクショントポグラフ像を撮影した後、各画素のロッキングカーブを解析し、回折ピークから数 arcsec離れた角度の強度で画像を表示することを行った。図1(a)が本手法で得られたシリコン結晶のセクショントポグラフ像である。白い点状のコントラストが転位の断面像を示している。図1(b)は完全結晶部のロッキングカーブのピーク角度で撮影されたセクショントポグラフ像である。図1(a)では、図1(b)で観察された転位の断面以外のコントラストが観察されていないことが分かる。一連の測定と画像処理を行うソフトウェアを整備して能率よく測定できる環境を構築した。

2. 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。2011年度は多軸回折計検出器アームの改造を実施した。これまで検出器アームはダブルスリット、アナライザーステージ、ソーラースリット、NaIシンチレーションカウンターを基本セットアップとして運用してきたが、2次元検出器利用課題の増加を背景に、検出器アームのセットアップ変更作業が増加してきた。そこで検出器アームの機器配置を全面的に見直し、セットアップ変更作業の省力化・効率化を図るために検出器アームの改造を実施した。主な改造点は以下の3点である。

- (1) 約15 kgのアナライザーステージの取り付け・取り外 しが最も労力のかかる作業であったためこのステージ の運用を止め、検出器の種類に関わらず常設可能な一 軸回転ステージに変更することで省力化を図った。
- (2) 2台の4象限スリットの電源配線を取り外すことなく 4象限スリットを検出器アームへの取り付け・取り外 しが可能となり、スリット開口等の再調整を最小限に 抑えることで作業効率化を図った。
- (3) 検出器アームに 0 次元検出器 (NaI シンチレーション カウンター) と 2 次元検出器 (PILATUS 100K) の 両方を設置できるように改良した (図 2)。

項目 (1) と (2) の改造でセットアップ変更作業時間は半分程度に短縮し、課題内での検出器の変更などユーザーの多様なニーズに対応できるようになった。 2 次元検出器は PILATUS 100K、300K 及び X 線トポグラフ測定用のフラットパネルセンサーが設置可能である。

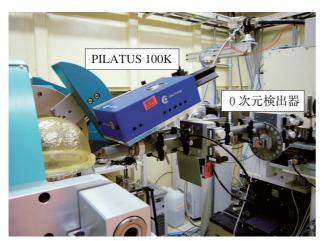


図2 0次元検出器と2次元検出器 (PILATUS 100K) を併用 した検出器アームのセットアップ



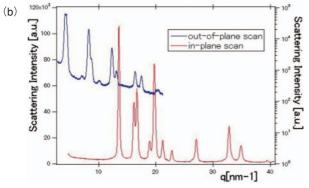


図3 (a) 2次元検出器 PILATUS 100K を用いた広い逆格子空間の観察した後、(b) 0次元検出器の走査で高分解能プロファイル取得する。

項目(3)は有機薄膜ユーザーの中でニーズが高かった測定セットアップであり、この改良により同一試料を取り外すことなく最初に2次元検出器を用いて広い逆空間を観察し、結晶性・配向性・反射位置等を確認し、次に0次元検出器を用いた高角度分解能測定(反射率測定、in-plane測定、out-of-plane測定など)を行うことが可能となった(図3)。

3. 粉末回折装置

BL19B2第二ハッチ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、「全自動試料交換・測定システム(JukeBox)」を利用した「測定代行」の運用が順調に進んでいる。2011年度の実施実績は、29課題・92

時間 (11.5シフト)で、2010年度と同程度だが、申請数は増えており、ビームタイム枯渇を理由に実施できなかった測定依頼が8件もあった。今後は測定代行のビームタイムを確保するために粉末回折装置の改良を行うとともに、ビームライン全体の装置切替えを更に効率化する必要がある。測定環境に関しては、2011年4月から、温度変化測定 (100~1000 K) についても測定代行で対応し、通常のユーザー実験と同様の実験が可能となっている。

実験環境充実の一環として、BL19B2での粉末回折データ閲覧用の専用ソフトウェア「Exray Plot」を開発した(図4参照)。このソフトウェアの主な機能は、

- (1) 複数のデータを同時プロットし、規格化して比較できる。
- (2) イメージングプレート上に記録された2次元画像データを取り込み、結晶粒度評価や不純物ピークの検討ができる。
- (3) 面間隔や、実験室環境 (Cu/Mo特性線を利用した装置) における回折角が簡単に計算できる。

などである。「Exray Plot」を用いることによって、自動測定で生成する大量のデータを迅速かつ快適に比較・検討することができるようになった。また、このソフトウェアはJavaでコーディングされているので、様々なOS環境で利用できることも大きな特徴である。なお、「Exray Plot」は、粉末回折だけでなく、PILATUSを用いた各種実験や、HAXPES(硬 X 線光電子分光)のデータ処理などにも派生しており、産業利用ビームラインの快適な実験環境の構築に大いに貢献している。

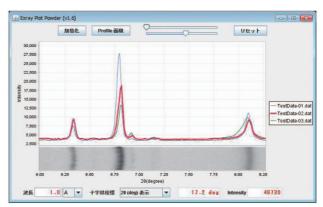


図4 BL19B2粉末回折データ閲覧用ソフトウェア「Exray Plot」

4. X線小角散乱装置

BL19B2の第三ハッチに設置されている X線小角散乱 (SAXS) 装置では、化粧品メーカーや生活必需品メーカーを含むヘルスケア分野における利用ニーズ開拓を行っている。化粧品や洗剤などの使用感(滑らかさなど)を評価するために、その支配因子である粘弾性の発現機構を解明する機器整備を目的として活動を行った。

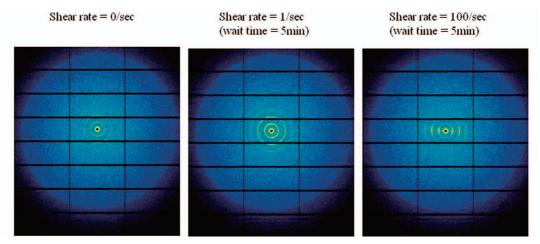


図5 α ゲルにせん断ひずみを印加した時の SAXS パターン変化(X 線のエネルギーは 18 keV 及びカメラ 長は 2.7 m) α ゲルの組成は、セタノール(8 %)/ バチルアルコール(3.6 %)/ ポリオキシエチレン セチルエーテル(11.6 %)/ グリセリン(7.5%)/ ジプロピレングリコール(7.5%)/ 水 (61.8%)である。

図5は、ジャパンハイテック社製のせん断流動印加セル CSS450を用いて行った、せん断流動印加下における界面 活性剤混合試料の会合構造変化の観察結果である。試料に は α ゲルを用いており、せん断ひずみ速度を 3 段階(なし、1 /sec、100 /sec)に変化させて印加した時の SAXSパターンを示している。図5に示すように、SAXSパターンと せん断ひずみ速度の相関を観察することができた。この SAXSパターンの変化は、ラメラ構造を有する界面活性剤 分子によって形成された数 μ mの板状構造体が、せん断ひずみ速度の増加とともにひずみ印加方向に対して平行に配向するためと推察される。

産業利用推進室 梶原 堅太郎、小金澤 智之 大坂 恵一、佐藤 眞直