

BL24XU 兵庫県

1. はじめに

兵庫県IDビームライン (BL24XU) は放射光の産業利用推進を目的とし、兵庫県が設置した専用ビームラインであり、BL08B2と共に兵庫県ナノテク研究所、兵庫県立大学X線光学講座が協力して管理、運営を行っている。光源には軸上負荷を低減できる8の字アンジュレーターを採用し、ダイヤモンド薄板結晶を利用した長オフセット2結晶分岐分光器を導入することで、ブランチA、ブランチBへの同時の放射光供給を可能としている。各ブランチにはそれぞれ2つの実験ハッチがタンデムに配置されており(実験ハッチA1、A2、光学ハッチB2、実験ハッチB1)、微小領域分析に重点を置いたエンドステーションを運用している。

2011年度では、実験ハッチA1におけるBonse-Hart型極小角散乱光学系、光学ハッチB2におけるマイクロビームXAFS光学系の本格運用が開始され、マイクロビーム光学系を利用した受託分析も開始されている。

2. 各実験ブランチの状況

2-1 ブランチA

実験ハッチA1では粉末回折装置、極小角散乱装置の運用を行っており、Bonse-Hart型光学系を利用した極小角散乱装置では、約 $0.2\ \mu\text{m}^{-1}$ の分解能が得られており、ユーザー利用が開始されている。また、実験ハッチA2では、斜入射回折装置、マイクロビーム利用光学系を運用している。マイクロビーム利用光学系では、サイズ約 $15\ \mu\text{m}$ のマイクロビーム形成が可能となっており、従来では不可能であった微小領域分析への展開が可能となっている。実際にWAXD測定のユーザー利用が行われており、Bブランチとの有機的・相補的な活用が可能となっている。

2-1-1 実験ハッチA1 Ultra-SAXSステーション

Bonse & Hartの極小角散乱では、高分子材料への応用が主に実行された。環境、クリーンエネルギー分野への取り組みにつながる利用課題として、自動車用タイヤに関する利用課題があった。タイヤに含めるナノ粒子に関して、その分散、凝集状態がタイヤの性能に影響すると考えられており、特にタイヤ材中での補強剤となる粒子の分散性について、数ナノから数 μm の範囲での構造情報を観察する実験が行われた。BL08B2の小角散乱と併せてBonse & Hart極小角散乱が利用されている。両装置で得られた結果を基に、ナノ粒子分散のネットワーク構造や、ポリマーが有する官能基構造と分散凝集構造との関係に関する情報

を得ることができている。これらの情報は低燃費タイヤ用ゴム材料を分子レベルで設計するために活用される。

2-1-2 実験ハッチA2 表面回折ステーション

斜入射回折の利用では、シリコンフォトリソ材料の構造評価に関する利用課題が実行された。熱処理に対する化合物薄膜層の結晶構造の変化を詳しく調べ、結晶子サイズ、歪みの有無、化合物相の構造に関する情報が考察された。また、高分子材料に関する利用課題も実施された。高分子材料用の接着剤開発に関する課題であり、接着強度を高める表面処理を施した場合の、接着界面層が回折測定で評価された。特定指数の回折信号について時間変化を捉えることに成功した。

2-2 ブランチB

ブランチBは2つのタンデムハッチで構成されており、上流側の光学ハッチB2では、高空間分解能、高時間分解能に特化した利用の他、最上流に設置したXAFSステーションの運用を行っている。下流側のハッチB1では、高角度分解能に特化したマイクロビーム利用を可能としている。管理は主に兵庫県立大学X線光学講座が担当しており、ユーザー利用だけでなく、講座による学術研究も行われている。

2-2-1 光学ハッチB2 XAFSステーション

蓄電池反応のメカニズム解明、特に3d遷移金属を含む正極材の化学状態に関する評価を目的としたマイクロXAFSの整備を進めた。光学系部分では、高輝度放射光とミラー集光素子により、試料面内における位置分解能として $1\sim 3\ \mu\text{m}$ 、強度として $10^9\sim 10^{10}$ 光子/秒のX線マイクロビームを実現した。さらに試料の深さ方向における分解能も考慮した測定系を検討中である。これらを利用し、正極材上での部位を区別した評価とともに、構成粒子の詳細な評価に応用を行っていく。

本実験システムによって、電気容量やサイクル利用に対する電池寿命などの緒特性を原子レベルの構造や電子系の状態から理解し、さらに材料設計における指針が得られる事を期待している。また原子配位構造の変化を詳細に調べる目的で、空間分解能と共に高いエネルギー分解能も併せ持つXAFS機能の整備も計画している。マイクロXAFSの本格的な供用開始は2012年下期である。

2-2-2 光学ハッチB2 マイクロビームステーション

マイクロビームステーションでは、上流側に多目的光学ベンチ、下流側に汎用型マイクロビーム分析装置を配しており、上流側では主に学術研究のための光学系や、マイクロイメージング光学系を用いたユーザー利用が展開されている。学術研究では、X線顕微光学系の研究や、新規光学素子の開発等を行っており、特に円形多層膜ゾーンプレートの開発においては、高効率かつ回折限界に近い性能を持つ集光性能を達成したことを確認した。また、マイクロイメージング光学系では、高分解能CT、及び高速度CTの整備を行い、高速度CTでは、リアルタイムでの内部構造観察が可能な4次元CTのユーザー利用を開始した。汎用X線マイクロビーム分析装置では、使用するX線マイクロビームは、サイズ、強度、発散角を用途に応じて選択することができ、最小サイズ120 nmのビームが使用可能である。手法としては、広角X線回折、蛍光分析の同時測定を可能としており、2011年度では同時マッピング測定が可能なシステムの整備を行った。

2-2-3 実験ハッチB1

主に半導体結晶の微小領域高感度歪み計測を目的に、準平行X線マイクロビーム回折実験を行っている。マイクロビームは、(+, -, -, +)配置の2つのチャンネルカット結晶とベントシリンドリカルミラーを組み合わせて形成している。ユーザーはシリンドリカルミラーの交換や回避で、以下の3種のビームから選択して実験できる。光学系1はビームサイズ $0.8 \mu\text{m} \times 1.7 \mu\text{m}$ 、発散角 $25 \mu\text{rad}$ 、光学系2はビームサイズ $0.4 \mu\text{m} \times 1.0 \mu\text{m}$ 、発散角 $50 \mu\text{rad}$ 、光学系3はビームサイズ $35 \mu\text{m} \times 35 \mu\text{m}$ 、発散角 $3.5 \mu\text{rad}$ である。焦点には高精度 $\theta - 2\theta$ 回折計が設置され、ロッキングカーブや逆格子空間マッピングの位置依存性を測定できる。フラックスはすべて 10^7 photons/s程度である。

兵庫県立大学大学院 物質理学研究科
高野 秀和、津坂 佳幸、竈島 靖

兵庫県放射光ナノテク研究所
横山 和司、竹田 晋吾、松井 純爾