

## BL19B2 産業利用 I

BL19B2は産業界による放射光利用を目的としており、産業界の多様なニーズに対応するため、イメージング装置、多軸回折計装置、粉末回折装置及び小角散乱装置といった複数の装置が設置されている。測定データ収集の高能率化だけでなく、各実験装置や実験手法の切り替えに要する時間と労力を削減することは、ビームタイムの効率的な運用に大きく貢献する要素であり、2014年度はこれを念頭に活動した。装置・手法の切り替え高能率化によって生まれたビームタイムの余裕は、測定代行に振り分けられるなどしてユーザーに還元されている。また一方で、多軸回折計では全反射XAFS測定の環境整備を行った。それぞれの装置について詳細を以下に示す。

### イメージング装置

第1実験ハッチに設置されているイメージング装置ではCT (Computed Tomography) 測定やSRCL (Synchrotron Radiation Computed Laminography) 測定が行われている。CTとSRCLはいずれも試料を回転させてさまざまな角度から投影像を測定し、試料内部の三次元的な構造を可視化する技術である。CT測定では入射X線と回転軸がなす角度 $\alpha$ が90度であることに対して、SRCL測定では90度ではない (BL19B2では $\alpha = 60$ 度とすることが多い) 点が異なっている。これまでCTから

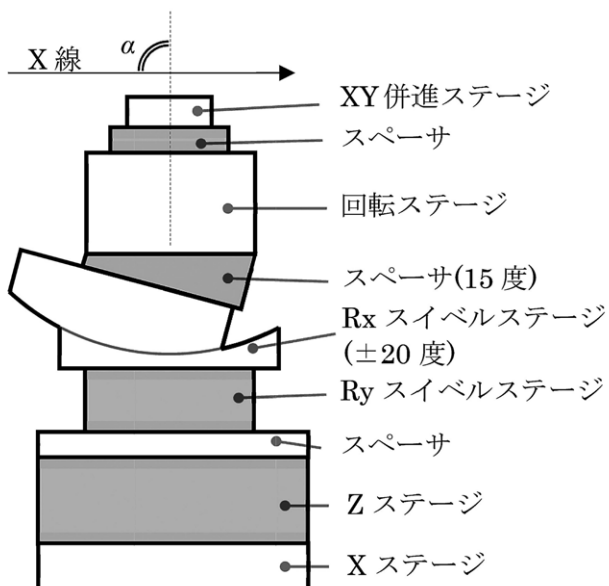


図1 CT-SRCL装置の模式図

SRCLの切り替えは回転ステージを一旦外し、所定の角度の楔形スペーサを回転ステージの下に設置し、再度回転ステージをねじ止めしていた。位置の再現性はないため、装置切り替えのたびに光軸調整を必要としており、装置切り替えに要する時間は1時間程度であった。そこで可動範囲の広いスイベルステージ ( $\pm 20$ 度) を用いて回転ステージの傾き角度を再現よく自動で変更できるように、CT装置を改造した。図1は改造後のCT-SRCL装置の模式図である。スイベルステージと回転ステージの間に角度15度の楔形スペーサを設置し、スイベルステージによる $\alpha$ の変更範囲を55度～95度とした。この改造により、光軸調整は最初の1回のみとなり、装置切り替えに要する時間は1分以下になった。ユーザー実験中にCTとSRCLの切り替えを容易に行うことが可能である。

### 多軸回折計

近年、鉄鋼材料の液中界面での錆形成過程や電気めっき処理過程といった試料界面の電子状態や局所構造を評価したいというニーズが高まっている。これらのニーズに応えるために第2実験ハッチの多軸回折計を用いて全反射XAFSの技術導入に取り組んだ。試料界面から下地層へのX線侵入深さを数nm±数Å以内で一定にするため、多軸回折計を用いてX線の入射角を制御した。

実験は、InGaZnO薄膜 ( $\text{SiO}_2$  (100 nm) /IGZO (100 nm) /Si-sub) を試料として、 $\text{SiO}_2$ /IGZO界面における全反射条件で行った。吸収端はIn-Kである。イオンチャンバーを用いた全反射強度計測配置とし、XAFS測定はステップスキャンで行った。図2 (a) は入射角制御を行わない場合の測定結果で、吸収端の立ち上がりが鈍くなっている。図2 (b) は入射角制御を行った場合の測定結果で、急峻な立ち上がりが観測された。この方法で、埋もれた界面のXAFSスペクトルを取得できることが明らかになった。

### 粉末回折計装置

第2実験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) は、「全自動試料交換・測定システム (JukeBox)」を利用した高能率のデータ収集がその特徴の一つである。2014年度は、粉末回折から他の測定系へ、あるいは他の測定系から粉末回折への装置切り替えの工程を見直した。特に、同じ第2実験ハッチを共有する多軸回折計および小角・極小角X線散乱カメラとの

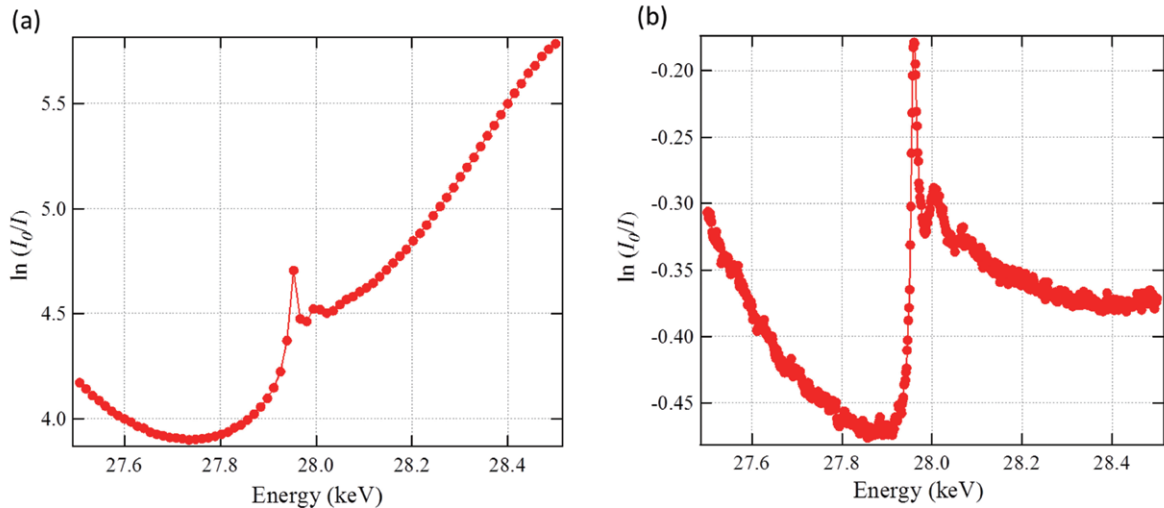


図2 InGaZnO薄膜のInのK吸収端 XAFSスペクトル。  
 (a) 入射角0.18°で固定。(b) 入射X線エネルギーに応じて入射角を変化。

間の装置切り替えに焦点を絞った。具体的には、

- 工程中、約20分と最も時間を要する集光ミラーのモード変更（縦のみ集光，あるいは縦横とも集光）を、その他の装置切り替え作業と同時に行うようにした。
- スリットや真空パスなどの配置や構成を見直した。特に、他の実験装置と共用している部分を精査し、非効率な部品解体や組立を回避した。
- 実験装置を構成する各種部品を軽量化し、構造を単純化することによって、作業工程を簡素化し、最少人数のスタッフで装置切替できるようにした。

などの対策を行った。その結果、従来3～4時間を要していた他の実験装置から粉末回折装置への切り替え時間が、1～2時間に短縮された。また、作業は基本的には1名で遂行できるので、スタッフの労力削減にもつながっ

ている。装置切り替えが迅速化されたことによって、複数の実験技術が利用できるBL19B2の特徴が際立ち、より広い範囲の産業界の要望に迅速かつ柔軟に対応できるようになった。実際に、広qレンジに渡る構造情報の知見を得るために、粉末回折と小角X線散乱を組み合わせるような、1課題で複数の実験技術を併用する課題が増加傾向にある。

#### 小角X線散乱装置

第3実験ハッチ内に設置されたカメラ長3 mまでのSAXS装置において、ユーザーの評価対象が数nm～数100 nmの析出物、凝集体、会合構造から数Åオーダーの結晶周期構造まで多様化しており、カメラ長を変更する要求が増えてきた。頻繁なカメラ長変更作業の効率化

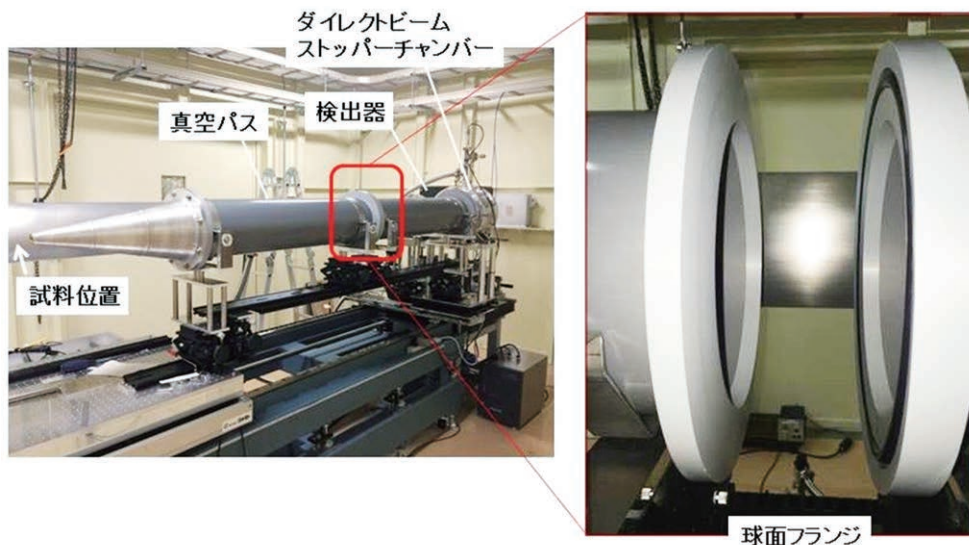


図3 改造後のSAXS装置の真空パスのレイアウト（カメラ長3 m）(左図)と開発した球面フランジ（右図）

を図るため、試料と検出器の間に設置する真空パスの改造を行った。

従来の真空パスは長さ2 mと1 mの2種類が用意されており、カメラ長の条件に応じてこれらがダイレクトビームストッパーを取めているチャンバーとOリングを介してネジで締結されていた。カメラ長変更作業の際、このネジの締結作業が手間となり、作業効率を下げていた。また、長いカメラ長の場合、ネジの締結作業の手間を減らすために1本の長い真空パスが使用されており、重量が大きいため2人以上の作業員を要していた。そこで、ネジを使わずに連結可能な球面タイプのフランジを開発した(図3参照)。これは連結時、ネジで締結せず、フランジ同士をOリングを介して押し付けるだけで真空を引き、大気圧でパス同士を接続するものである。フランジ面が球面であるため真空パスの向きが多少傾いてもフランジ面を密着させることが可能である。真空パスは軽量化のためポリ塩化ビニルで作製され、長さ1 mのものを2本準備した。これにより、真空パスの交換作業の大幅な効率化を図ることができ、交換に必要な時間を約1時間から約30分に短縮し、さらに単独の作業員でも交換可能となった。

産業利用推進室

産業利用支援グループ

梶原 堅太郎、渡辺 剛、大坂 恵一、佐藤 眞直