

# 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)”が管理・運営している。

高分子を含むソフトマターの構造的特徴は、非常に広い時間・空間スケールで階層構造を形成することである。それぞれの階層構造は独立に存在せず、むしろ構造相関を有しそれらが物性を大きく支配していることが多い。そのため、ソフトマターの構造と物性の相関を明らかにするためには、できる限り広い時間・空間スケールでのダイナミクス及び構造評価が重要となる。BL03XUにおいては、構造評価可能な時空間領域 (Fig.1) を拡張する整備を実施してきた。2014年度はこれら構造評価可能な時空間領域における散乱データのSN比を向上させることを目的とし、真空カメラの開発・整備を実施した。

## 2. 真空カメラの開発及び整備

高精度な散乱測定で精密な解析を行うことは、精密構造評価を行う上で非常に重要である。散乱データ精度としては大きく分けて角度分解精度と散乱強度精度の二種類が考えられ、高分子材料の構造を評価するうえでBL03XUの現在の仕様は十分にそれを満たしていると思われる。しかしながら、更に詳細な構造評価を実施するためには、より精度の高い散乱強度データの取得が要求

される。高強度X線を用いて多くの散乱光子を検出することで精度の高い散乱データを取得することは可能である。しかしながら、放射線による試料ダメージや検出器の測定散乱強度上限などの原因により、強いX線を試料に照射し続けるということはできない。そこでバックグラウンド散乱を低減させることで高S/N散乱データ取得を達成することを目的とし、真空カメラの開発及び整備を実施した。

Fig.2に構築した真空カメラの模式図と写真を示す。真空カメラはガードピンホールが配置された真空チャンバとゲートバルブを介して接続される真空パイプからなる。2つのゲートバルブを開けることで試料の上流から検出器直前までが、試料を含めて同一真空下に配置される。真空カメラの上流と下流には大気と真空とを遮断するための窓材が存在しているが、上流の窓材はスリットの上流に存在するためにバックグラウンドへの寄与は小さく、下流の窓材はビームストップの下流に存在し検出器直前であるため、バックグラウンドへの寄与は殆ど無い。これにより非常にバックグラウンドの低い散乱測定が可能となる。ビームストップには透過X線強度が可能なフォトダイオードが組み込まれ、真空内においても試料の透過率測定が可能となる。また、真空チャンバの一部には、広角散乱測定用のFlat Panel Detectorが設置できるように60×60×0.5 mmの炭素繊維樹脂が組み込まれている。これにより真空カメラを用いた小角/広角同時X線散乱測定が可能である。

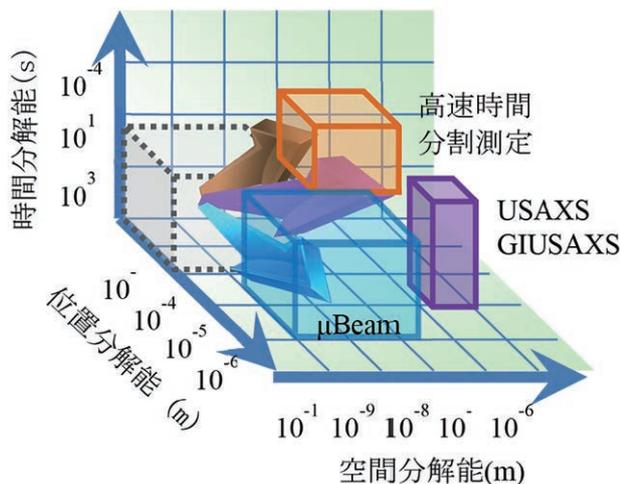


Fig. 1 構造評価可能な時空間領域

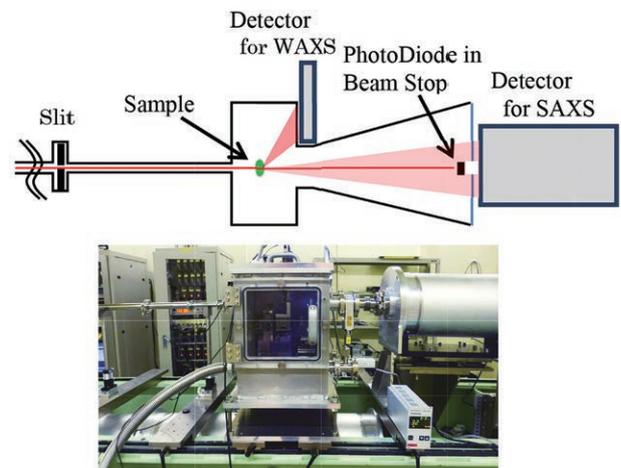


Fig. 2 真空カメラの設置模式図及び写真

真空チャンバ内には二組の自動XZステージが配置され、ガードピンホールと試料の位置調整がなされる。試料用Xステージは300 mmのストロークがあり、試料を複数個取り付けるオートチェンジャー治具と組み合わせることで、一度に30個の試料測定が可能となる。試料の状態を目視確認するためにX線との同軸カメラが配置され、10  $\mu\text{m}$ 程度の光学分解能で試料位置の確認が可能である。真空チャンバには熱電対や冷却水の導入が可能な真空ポートを複数有し、温度変化に伴う試料の構造変化の追跡なども真空カメラを用いて可能となる。また、追加でコリメートピンホール設置なども可能であり、コヒーレント回折イメージング(CDI)や光子相関分光法(XPCS)などの測定も視野に入れている。

Fig.1に示すようにBL03XUでは、構造評価可能な時空間領域を拡大させる整備を実施してきた。その整備によりマイクロビーム( $\mu\text{Beam}$ )利用や極小角X線散乱(USAXS)測定が行えるようになり、年々それらの実験シフト数が増大してきた。現在では様々な時空間領域の構造評価が行えるようになってきたが、今後は高精度・高分解能散乱測定の達成を目指し、CDIやXPCS等のコヒーレント光を利用した手法にも取り組むことを視野に入れる。

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 城戸 伸明  
運営委員長 金谷 利治