

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る。管理、運営は兵庫県立大学産学連携・研究推進機構放射光ナノテクセンターが行っており、産業界を中心としたユーザーの受け入れ、利用支援を行っている。BL24XUでは、マイクロビーム応用等、特に局所構造の高分解能解析に特化したエンドステーションを整備しており、利用の推進を行っている。

ビームラインの光源には8の字アンジュレーターを採用しており、大強度と低負荷を両立するだけでなく、半整数次の高調波を利用することで、垂直、水平偏光の選択を可能としている。ビームラインは2本のブランチ(ブランチA、ブランチB)で構成されており、ダイヤモンド薄板結晶を利用した長オフセット2結晶分岐分光器により、モノクロ光をブランチA、透過光をブランチBへ同時に供給することが可能である。各ブランチにはそれぞれ2つの実験ハッチをタンデムに配置(実験ハッチA1、A2、光学ハッチB2、実験ハッチB1)しており、実験ハッチA1ではBonse-Hart型超小角X線散乱(USAXS)ステーション、実験ハッチA2では斜入射回折ステーション、マイクロビーム小角X線散乱(μ -SAXS)ステーション、光学ハッチB2ではX線吸収分光ステーション及びX線顕微鏡ステーション、実験ハッチB1では精密X線回折ステーションを運用している。

2. 各実験ステーションの状況

(1) ブランチA

実験ハッチA1ではBonse-Hart型USAXS、実験ハッチA2では斜入射X線回折装置を整備しユーザーへの供用を行っている。これらに加え μ -SAXSの整備を2015A期に完了し、2015B期よりユーザー利用を開始した。

Bonse-Hart型USAXSでは、一次元方向のみの測定に限られるが、通常のSAXS光学系では測定が困難な数ミクロンの周期構造の観察が可能である。現在の測定領域は $q(\text{nm}^{-1}) = 0.001 \sim 0.4$ 、測定時間は約5分である。測定領域を限定することで約90秒間隔の時分割測定を実現しており、試料の経時変化の追跡も可能である。斜入射X線回折では、試料の表面・界面の結晶構造評価を行っている。回折計に加熱炉を搭載することで半導体試料等の反応過程の観察も可能である。 μ -SAXSでは、屈折

レンズを利用した集光光学系を採用し、試料位置にてビームサイズ $\phi 6 \mu\text{m}$ 、フォトン数 $2.7 \times 10^9 \text{ photons/sec}$ のマイクロビームを利用した局所構造評価が可能である。SAXSカメラ長は0.5~2 mの範囲を選択でき、WAXSとの同時測定も可能である。今後、細繊維1本測定や電線材料等で利用を計画している。

(2) X線吸収分光ステーション

XAFSステーションでは、1~2ミクロンサイズに整形したX線ビームを利用し、微小領域の構造評価法を提供している。主には、第一遷移金属の化学状態を調べる目的である。応用分野はリチウムイオン二次電池、固体燃料電池、陶磁器釉薬の構造評価である。いずれも第一遷移金属を中心とした酸素の配位構造を探りたいとするニーズによる。

2015年度は、同一ステーション上で局所構造及び結晶構造の両評価を実現する目的で、PILATUS 100Kを利用した二次元粉末X線回折機能も追加搭載した。今後、NewSUBARUにおける軟X線吸収分光法、スペクトルの理論計算法と併せて、統合構造評価ステーションのひとつとしての活用の可能性を探る。

(3) X線顕微鏡ステーション

X線顕微鏡ステーションでは、X線集光ビーム、X線イメージング光学系を利用した、サブミクロン~ミクロンの空間分解能と高い時間分解能を有する測定を展開している。集光ビーム利用では、広角回折、蛍光X線分析について、点分析、実空間マッピング測定が可能である。使用するマイクロビームは測定目的に応じ、サイズ、強度、発散角についてオーダーメイドで最適化が可能である。また、兵庫県立大学X線光学講座により、次世代X線集光素子である多層膜ゾーンプレート等の開発評価も展開されている。

イメージング光学系では、ユーザー利用の多いCT測定系の高度化を行った。試料を回転走査するステージを偏心精度が0.5ミクロン/360°の高精度回転ステージへと交換した。さらに試料の回転中心位置調整を容易にするため、高精度回転ステージ上に自動並進XYステージに搭載した。また測定時間の短縮に有効なOn-the-flyスキューン型の測定プログラムを整備した。ユーザーインターフェイスも抜本的な改良を行い高効率かつユーザーフレ

ンドリーな測定環境を整えた。フレネルゾーンプレートを対物レンズとして用いた結像顕微鏡光学系では、光学ハッチB2内で展開していた装置を実験ハッチB1まで拡張した。対物レンズの拡大倍率に直結する試料-X線画像検出器間距離を最長6 mまで（従来は3 m程度）確保することが可能となり、X線画像検出器面上での視野が拡大され、空間分解能が向上した。

(4) 精密回折ステーション

主に半導体結晶の微小領域高感度歪み計測を目的に、微小領域回折実験を行っている。評価ビームは、(+、-、-、+)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形成している。ユーザーは、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 $0.4 \mu\text{m} \times 1.0 \mu\text{m}$ 、発散角 $50 \mu\text{rad}$ 、光学系3は $35 \mu\text{m} \times 35 \mu\text{m}$ 、発散角 $3.5 \mu\text{rad}$ である。焦点には $\theta - 2\theta$ 回折計が設置され、ロッキングカーブ測定や逆格子空間マッピングが可能である。また、多波回折条件下での前方透過ビームを用いたX線トポグラフ（明視野トポグラフ）も利用できる。検出器にCMOSカメラを用いるため、現像の必要がなく、高位置分解能のX線トポグラフ像が取得できる。多波回折条件近傍では、回折ベクトルを容易に変更できるため、速やかなバーガースベクトルの決定が可能である。

兵庫県立大学

¹物質理学研究科、

²産学連携・研究推進機構放射光ナノテクセンター

津坂 佳幸^{1,2}、籠島 靖^{1,2}、漆原 良昌²

桑本 滋生²、横山 和司²、松井 純爾²