BL15XU
広エネルギー帯域先端材料解析

1. 概要

本ビームラインは国立研究開発法人物質・材料研究機構（NIMS）の専用ビームラインであり、機構における新規機能性物質・材料を開発するため、高輝度放射光を用いた原子構造並びに電子構造の解析を通じた研究開発を推進している。また、先端機能物質・材料の開発・合成に欠かせない基本的な知見である結晶、ナノ粒子、アモルファス材料の原子構造や電子構造の解析手法を開発し、材料の評価に用いている。2015年度も滞りなくSPring-8を利用した研究開発を進め、関連する研究課題の共同研究を推進してきた。また、ビームタイムの利用および装置の整備の一環として、2014年に引き続き、集光光学系の高度化を行った。さらに、粉末回折計を用いてナノ粒子、アモルファス材料の短・中距離構造解析が行えるX線PDF（Pair Distribution Function, 2体相関分布関数）解析基盤を整備した。

2. ビームタイムの利用状況

2015年度には合計57件の利用研究課題が実施された。実施課題数は、NIMS内部が29件、NIMS外部が共同研究を含めて28件となり、2014年度に比べるとNIMS外部からの課題がやや増加し、内部と外部の数がほぼ等しくなった。プロジェクト別に課題を分類すると、a) NIMS内部課題（23%）、b）文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム（39%）、c）東京工業大学元素戦略（20%）、d）ナノ材料科学研究拠点（8%）、e）構造材料拠点（2%）、f）共同研究（8%）となり、元素戦略に関連した電子材料を始め、触媒・電池材料、磁性材料、構造材料など出口指向が明確な材料を対象とした課題を実施した。

図1に手法別の実施シフトの割合を示す。硬X線光電子分光法（HAXPES）が54%、薄膜X線回折（薄膜XRD）法が31%、高分解能粉末XRDが13%、その他が2%であった。HAXPESとXRDの割合は、2014年度とほぼ同じ割合であった。

実施シフト数を研究の目的や材料別に分類したものが図2である。分野別内訳については2014年度と比べて大きな違いは見られなかった。

なおビームタイムには実施シフト以外に、HAXPESとXRDの切り替え時などの調整に要した時間が130.4シフトあり、調整には全ビームタイムの約25%を利用しているが、その内訳は装置や実験ハッチの切り替えだけでなく、ユーザーの要望する実験装置の調整にも使われた。

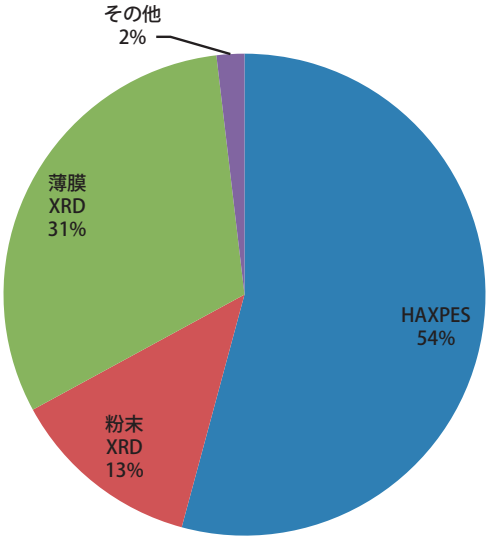


図1　実施手法によるシフト数の割合

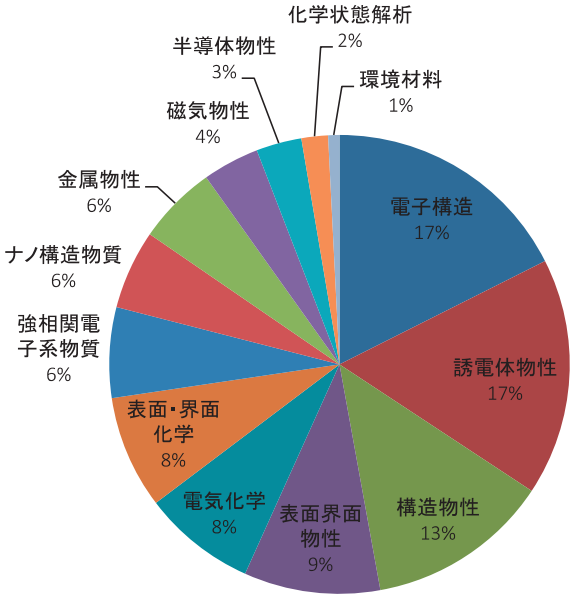


図2　実施内容によるシフト数の割合

3. ビームラインの整備

2015年度もビームラインの整備・高度化を継続している。マイクロビームを用いたXRDに効率的に対応するために薄膜回折計用に新規の屈折レンズを導入した。またX線PDF解析用の装置の整備に着手した。

3-1　薄膜回折計への集光光学系の導入によるマイクロビーム回折実験の実現

BL15XUの薄膜・ナノ構造用の精密回折計（神津精機社製NZD-2）は、集光光学系導入前は4象限スリットによってビームを整形して利用されていたが、ビームサイズとX線強度の観点から、ナノロッドのような微小なサンプルに対して用いるには不十分であった。そこで2014年度に集光光学系として屈折レンズを導入した。このレンズは、ドイツ カールスルーエ技術研究所（Karlsruhe Institute of Technology, KIT）で開発・製作されたもので、基板上に両凹型の形状をしたSU-8樹脂製のレンズ素子を並べたレンズ列からできている[1]。レンズ調整のためのレンズ軸調整機構を回折計架台に取り付けると共に、また屈折レンズの導入に合わせて、拡大鏡によるサンプル観察システムを加え、マイクロビーム薄膜回折測定のためのシステムを整備した。この屈折レンズによって水平・垂直方向ともに数μm以下の集光が実現されマイクロビーム薄膜回折実験が可能になった。しかしながら、集光サイズは垂直方向1.1 μmであったのに対して水平方向5.3 μmであった。

2015年度は、新規に開発された屈折レンズを導入した。レンズ列が垂直集光のマイクロレンズ素子と水平集光のマイクロレンズ素子の2種の1次元の集光レンズを交差させた構造を繰り返すVHVH集光型のものである。BL15XUに導入されたレンズの焦点距離は290 mmである。これに加えて、薄膜回折実験で常用されている12.4 keV用と高エネルギーにおける回折実験用の30 keV用の2列のレンズ列を有している。

集光を行わない場合には、そのレンズはZ軸ステージによって退避することで、ユーザービームタイム中にマイクロビーム実験と通常の実験を切り替えることができる。また本レンズは保護カバーが付いたレンズホルダーに収納されている（図3）。このため、ユーザーが作業の

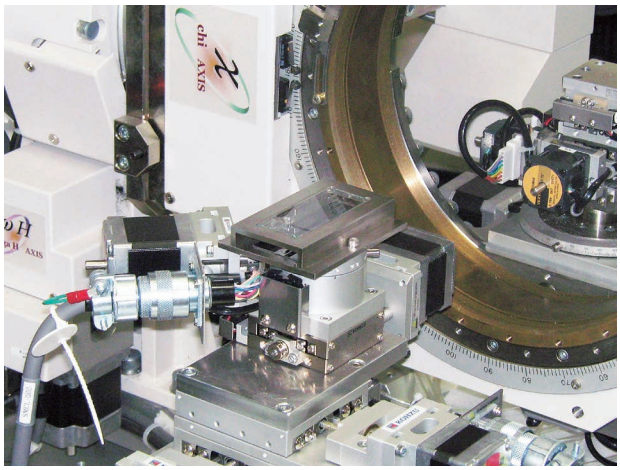
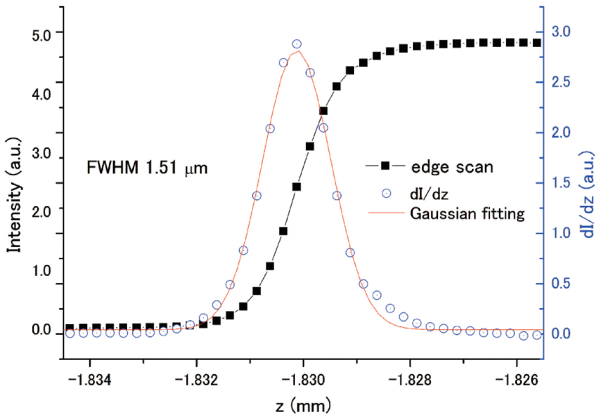
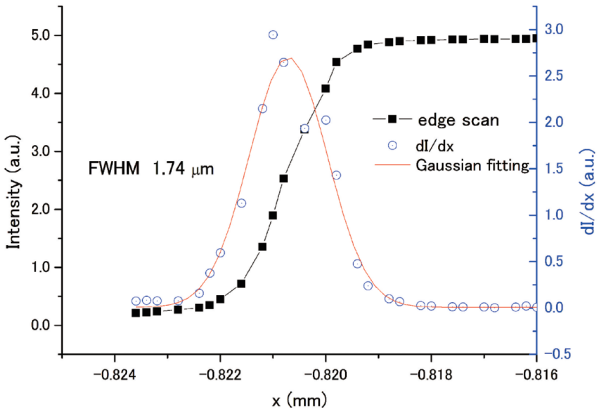


図3　集光レンズホルダー



（a）垂直方向



（b）水平方向

図4　12.4 keVでの集光プロファイル

際にレンズに接触して破損するなどの事故が起こりにくく、回折計に常時集光レンズを取り付けたままの状態にしておくことができるようになった。

その屈折レンズによる集光ビームサイズをナイフエッジスキャンにより評価した結果を図4に示す。ビームサイズはFWHMで垂直方向1.5 μm、水平方向1.7 μmであった。このように新規に導入した屈折レンズによって従来よりも等方的で形状の良く、より小さなビームサイズを得ることができるようになった。これにより、基板上に成形された1本のナノロッドのX線回折強度や薄膜電極下の電圧が印加される微小な領域からのX線回折強度や格子歪を従来よりも正確に測定できるようになった。

3-2　X線PDF解析基盤の整備

BL15XUには耐荷重のある2θ軸を備えた高分解能粉末回折計が整備されているが、近年のナノ粒子・アモルファス材料のニーズに対応していくため、結晶構造解析に加えて、ブラッグビームの有無に依存しない原子・ナノスケール構造解析が行えるX線PDF解析用のデータ収集ができるよう整備を始めた。X線PDF解析では、微弱なアモルファスからの散乱・結晶のブラッグピークの裾

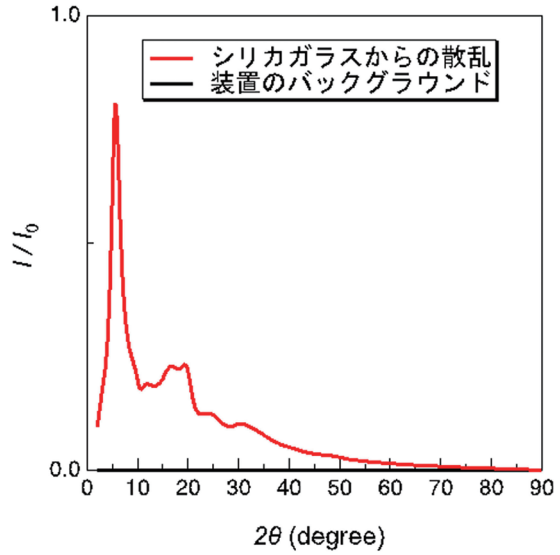


図5　シリカ（SiO_2）ガラスの散乱データ

に現れる散漫散乱、あるいはナノ粒子の幅の広いピークを計測するために、装置のバックグラウンドを抑え、構造に寄与しない成分を除去できるエネルギー分解能を有した検出器を用い、ハイスループット計測を行う必要がある。図5に試験的に1台のCdTe検出器を用いてセットアップした回折計により測定したシリカガラスの散乱データを示す。X線のエネルギーは30 keVを用いた。図より、十分なS/Nで広い角度範囲をカバーできていることが分かる。これらの結果に基づき、回折計にCdTe半導体検出器を5台搭載し（図では最低角の1台は回折計の調整用検出器に置き換えられている）、真空チャンバーを搭載したセットアップを構築した（図6）。本セットアップを用いて、今後、ナノ粒子や機能性ガラス・アモルファス材料の構造・物性研究の推進が期待される。

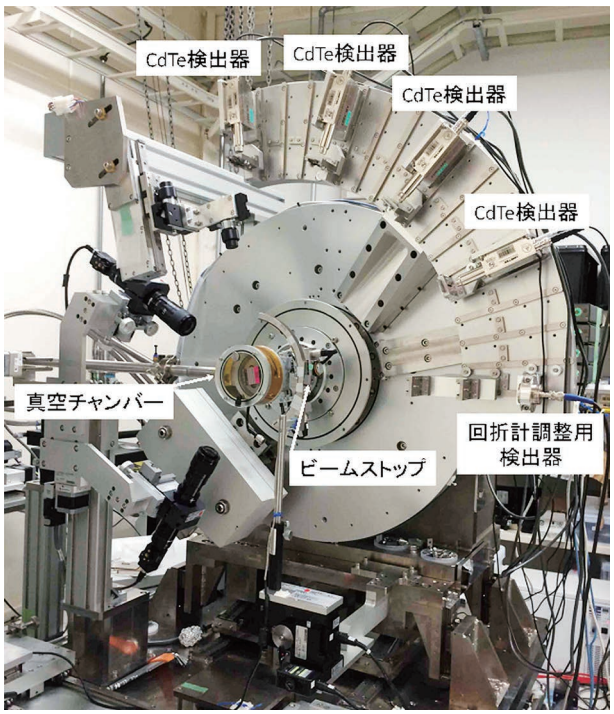


図6　X線PDF解析用のセットアップ

参考文献

［1］A. Last: *LIGA and its Applications*, Vol. 7, Wiley, John & Sons, 2009, pp.233-242

国立研究開発法人物質・材料研究機構
技術開発・共用部門
高輝度放射光ステーション
勝矢　良雄、坂田　修身
先端材料解析研究拠点
光・量子ビーム応用分野
シンクロトロンX線グループ
小原　真司