

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

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評価を行うため、第1実験ハッチでは試料の局所領域での構造を観測するためにX線の微小化とマイクロスコプの整備を行った。第2実験ハッチでは高SN比の散乱測定を行うための光子計数型検出器の整備を行った。下記にそれらの詳細を示す。

第1実験ハッチでは、常設されている試料水平配置型薄膜回折計を用いることで、表面から数nm～数 μm の深さにおける構造の解析が可能なGI-SAXS、GI-WAXD測定法や、薄膜の膜厚や密度を測定することが可能なX線反射率測定法を中心に、ソフトマターにおける表面・界面構造、表面科学の研究を行っている。最近、電子基盤配線などの微細配線間における微小領域薄膜構造評価や、薄膜形成過程や薄膜溶融過程などの動的構造を捉える測定の需要が高まっている。そこで、微小領域測定および昇温測定の簡易化について整備を行った。

FE（フロントエンド）Slit開口を小さくしその位置を仮想光源とすることで、X線ビームの直径を半値幅で200 μm から15 μm まで絞り小径化した。さらに、高解像度で焦点深度が深いデジタルマイクロスコプを実験ハッチ内に導入することで、表面形態を観察しつつ、試料の狙った箇所にX線ビームを当てることが可能となった。

昇温過程における構造評価変化を観測する場合、試料のみならず昇温ステージや土台など接触している機器は全て温度が上昇する。例えば10 mm程度のSUS製セルが100°C温度上昇した場合には、10 μm 程度試料の高さが増えることとなる。サブnmの厚さの試料を計測するGI測定の場合には、この高さ変動を無視することはできない。そこで、昇温ステージの断熱化による熱膨張の抑制と変位計の導入を行った。この結果、25°Cから250°Cの間で、断熱前は200 μm 以上熱膨張していたものが60 μm 程度に抑えられた。一方、この値はGI-SAXS測定においては再調整を必要とする値であることから、昇温ステージの更なる断熱化を必要とする。また、変位計は実験ハッチ内でオンライン使用することが可能であり、再調整が必要か否かを見極めることが容易になった。

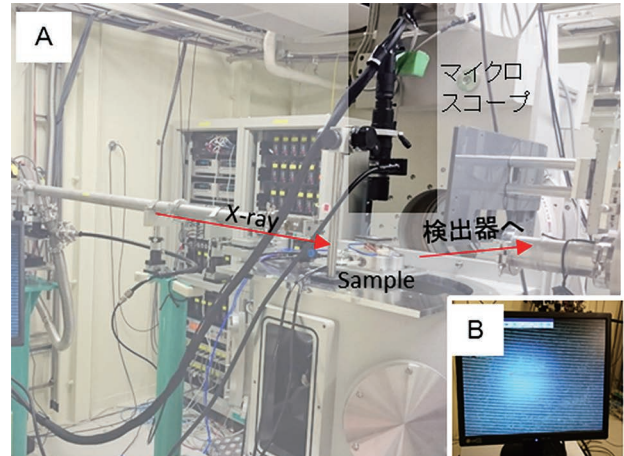


図1 A) マイクロスコプ同時測定配置、B) 微細構造の拡大

第2実験ハッチにおいては透過型X線散乱法により高分子材料の精密構造評価、局所構造評価、構造変化の追跡などが実施されている。2次元散乱像の取得は実験手法に応じて様々な検出器が用いられているが、構造変化の追跡の場合には、イメージインテンシファイア（II）+ CCD（浜松ホトニクス株式会社製、ORCA-R2）が用いられ、広角散乱像の取得や高SN比の測定が要求される測定では、イメージングプレート検出器（株式会社リガク製、R-AXIS VII）が用いられていた。さらに高速の構造変化の追跡および高SN比のデータ取得の要求を満たすため、2015年度は高速かつ高SN比でデータ取得が可能な光子計数型2次元検出器（DECTRIS Ltd. 製、PILATUS3 S 1M）を導入・整備した。PILATUSのハードウェア性能は非常に高いが、これを制御するためにはUNIXパソコンを操作し、コマンドラインにて制御命令を入力する必要がある。ユーザーはそれぞれ年に数回しかビームラインを利用しないため、コマンドラインでの機器制御は困難であることが多い。そこで、ユーザーの利便性を向上させるために、Graphical User Interface (GUI) による制御ソフトウェアを製作しビームラインに整備した。ビームライン利用者であるユーザーは、GUI softwareを操作することにより、PILATUSを制御することが可能となる。Softwareでは検出器とX線シャッター等のタイミング同期がなされ、ソフトマテリアル材料の構造変化を追跡するための高速時間分割測定が可能となっている。

導入したPILATUSは検出モジュールを組み合わせ、大

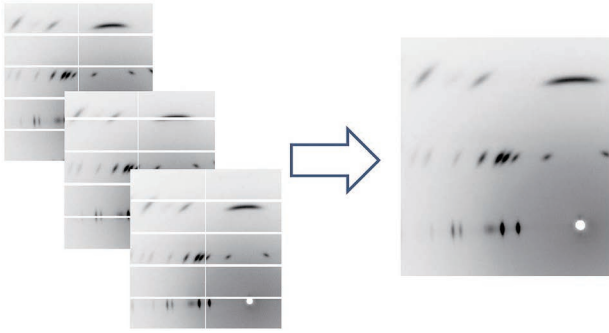


図2 ポリヒドロキシブチレート繊維の散乱像。検出器の位置を変えて測定したそれぞれの散乱像（左）。3枚の散乱像を結合したモジュールギャップのない散乱像（右）

面積にしている検出器である。モジュール同士のつなぎ目部分にはX線を検出することのできないモジュールギャップが存在するため、一部の散乱データを観測することができない。そこで、検出器を移動させ散乱像を3枚測定し、画像を結合させることによりモジュールギャップを補完する機能を制御ソフトウェアに組み込んだ。図2に示すようにモジュールギャップのある散乱像からモジュールギャップのない散乱像を取得することが可能である。

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 石井 孝浩
 運営委員長 金谷 利治