

2013A1811

BL19B2

## BL19B2 の X 線小角散乱装置におけるバックグラウンド低減の検討 Reduction of Instrumental Background Signal of Small Angle X-ray Scattering Measurement at BL19B2

佐藤 眞直<sup>a</sup>  
Masugu Sato<sup>a</sup>

<sup>a</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>JASRI

BL19B2 における極小角 X 線散乱 (USAXS) 測定、および小角 X 線散乱 (SAXS) 測定のバックグラウンド低減の為、真空パス等の測定装置の構成部品起因の BG 源の特定、サンプル周りの空気散乱のビームパス長さ依存性の検討、真空パスの窓からの散乱プロファイルについて窓材(カプトン、スペリオ UT、Be 窓)による違いの検討を行った。BG 源の特定についてはカプトンフィルムを散乱体として USAXS 測定の光学系の途中に挿入し、BG プロファイルへの影響を検討することで行った。その結果、USAXS 測定のサンプルを設置している第 2 実験ハッチ内が BG 源になっている可能性が高いことがわかった。また、サンプル周りの空気パスからの散乱については、USAXS 測定ではその長さ変更によって BG プロファイルに影響がほとんど見られないことからこの空気パスからの散乱の BG への寄与はほとんどないことがわかった。一方 SAXS 測定ではこの空気パスを長くすると高  $q$  域の BG が大きくなる影響が確認された。真空パスの窓材からの散乱についてはスペリオ UT フィルムがカプトンフィルム、Be 窓よりも USAXS、SAXS 測定ともに十分に散乱が小さく、BG 抑制に適した窓材であることが確認できた。

**キーワード：** 界面活性剤、金属組織、析出物、USAXS、SAXS

### 背景と研究目的：

BL19B2 の小角 X 線散乱 (SAXS) 装置の利用実験において、特に極小角 X 線散乱 (USAXS) レイアウトによる界面活性剤の会合構造や金属材料中の析出物など SAXS 信号強度が微弱な試料の測定で、バックグラウンド (BG) の低減が求められている。本実験では BG 低減のための装置レイアウト改造を検討するために、BG 源についての調査を行った。

### 実験：

以下の三つの検討項目について検討を行った。

- (1) 測定装置の構成部品起因の BG 源の特定
- (2) サンプル周りの空気中のビームパスの長さによる BG の影響の検討
- (3) 真空パスの窓材による BG の影響の検討

(1) については、SAXS レイアウトでは検討を完了しており、真空パスの真空度の向上、窓材の薄膜化 (サンプル直下流の真空パスのカプトン窓の厚さを 25  $\mu\text{m}$  から 7  $\mu\text{m}$  に変更) により BG の低減に成功しているため、USAXS レイアウトについてのみ、実施した。(2)、(3) については USAXS、SAXS 両レイアウトで検討を行った。

USAXS レイアウトの概念図は図 1 に、SAXS レイアウトの概念図は図 2 にしめす。実験条件は X 線エネルギー 18 keV、USAXS レイアウトのカメラ長は 42 m、SAXS レイアウトのカメラ長は 3 m である。カメラ長の較正はコラーゲン試料の回折ピーク位置を用いて行った。USAXS レイアウトでは X 線ミラーは使用せず、SAXS レイアウトでは X 線ミラー角を 2 mrad に設定し、第 1 ミラーのミラーバンド機構と第 2 ミラーのシリンドリカルミラーにより検出器位置を焦点にしてビーム集光を行っている。光学系の各スリット (図 1 参照) の条件 (開口サイズ) については、USAXS レイアウトは表 1 に、SAXS レイアウトは表 2 に示す。検出器は 2 次元ピクセル検出器 PILATUS2M を用いた。データは 2 次元イメージデータを方位角 360° で平均化し、散乱角に対する散乱強度の 1 次元プロファイルに変換して評価した。

USAXS レイアウトにおける (1) BG 源の特定において、BG 源として予想されるのは①真空パスの窓材からの散乱、②試料周り、真空パスの隙間の空気からの散乱が挙げられる。第1ハッチから第3ハッチまでの長い装置レイアウトのどこからの散乱の寄与が大きいのか、図1のレイアウト中に示した各箇所にて125 μm厚のカプトンフィルムを透過配置で設置し、その散乱のBGプロファイル(試料なしの散乱データ)に対する影響を検討した。

(2) については、近年ユーザー持ち込み装置を用いた in-situ 実験が増えていることが背景にあり、持ち込み装置のためのスペースを確保するために真空パスの長さを調整してサンプル周りの空気パス(図1、図2中に赤丸で示した位置)を長くした場合、どの程度空気散乱の影響が大きくなるのかを検討した。

(3) については、真空パスの窓材の変更により BG を低減できるか検討するため、現状の窓材のカプトンフィルム、Be 窓と、最近 SAXS 領域での散乱が弱いと評価されているスペリオ UT (三菱樹脂製) の USAXS、SAXS データを測定し比較した。カプトンフィルム、スペリオ UT とともに厚さは 100 μm、Be 窓はビームラインの真空パスに設置されているものと同等のものを光源光学系部門より借用した。

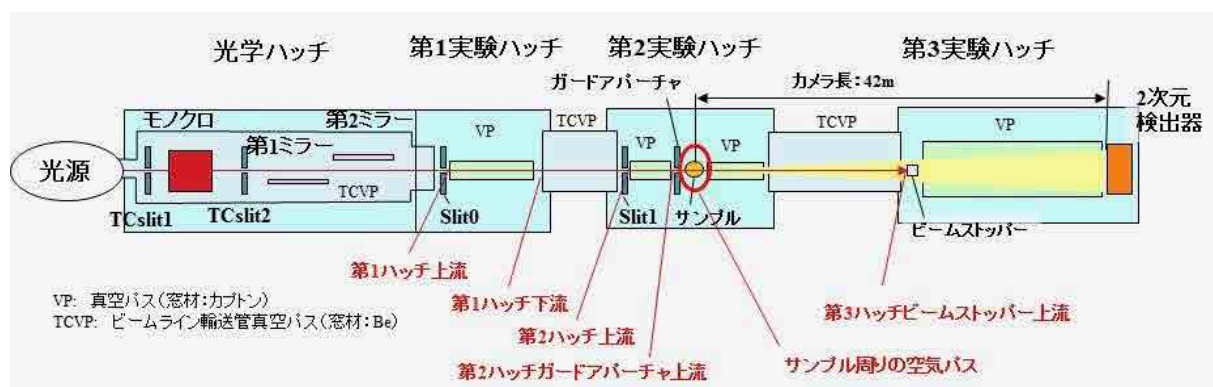


図1. USAXS レイアウトの概念図

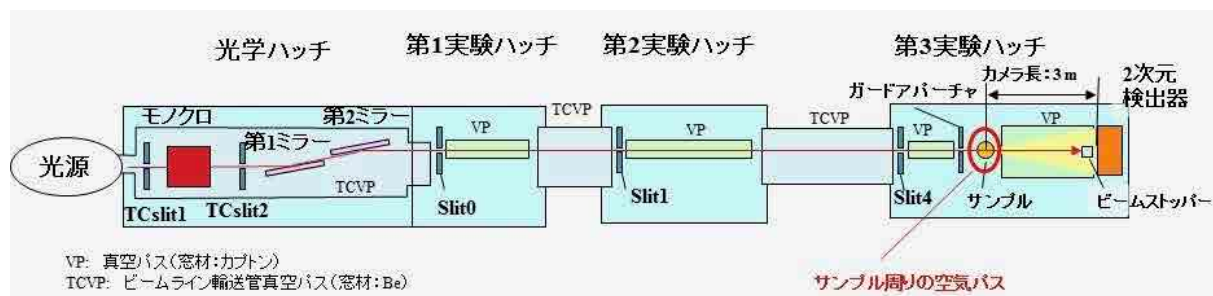


図2. SAXS レイアウトの概念図

表1. USAXS レイアウトでの実験時の光学系の各スリット条件

スリット	開口サイズ
TCslit1 (光学ハッチ内モノクロメータ上流)	0.1 mm (水平幅) × 0.1 mm (垂直幅)
TCslit2 (光学ハッチ内モノクロメータ下流)	0.25 mm (水平幅) × 0.25 mm (垂直幅)
Slit0 (第1ハッチ)	0.3 mm (水平幅) × 0.3 mm (垂直幅)
Slit1 (第2ハッチ)	1.2 mm (水平幅) × 1.2 mm (垂直幅)
ガードアパーチャ (第2ハッチ)	φ 1 mm

表 2. SAXS レイアウトでの実験時の光学系の各スリット条件

スリット	開口サイズ
TCslit1 (光学ハッチ内モノクロメータ上流)	5 mm (水平幅) × 0.7 mm (垂直幅)
TCslit2 (光学ハッチ内モノクロメータ下流)	6 mm (水平幅) × 1 mm (垂直幅)
Slit0 (第 1 ハッチ)	6 mm (水平幅) × 1 mm (垂直幅)
Slit1 (第 2 ハッチ)	4 mm (水平幅) × 0.8 mm (垂直幅)
Slit4 (第 3 ハッチ)	0.4 mm (水平幅) × 0.4 mm (垂直幅)
ガードアパーチャ (第 3 ハッチ)	φ 1 mm

**結果および考察：**

まず USAXS レイアウトにおける (1) BG 源の特定について、図 1 の USAXS レイアウトの各チェック箇所にて 125 μm 厚のカプトンフィルムを透過配置で設置し BG プロファイルを測定した結果を図 3 に示す。検出器の露光時間は 5 分である。これをみると第 1 ハッチ、第 3 ハッチからの影響はほとんどなく、試料が設置されている第 2 ハッチからの影響が顕著である。

これは、

- ・ 第 1 ハッチ、第 3 ハッチのチェック箇所からの散乱の BG プロファイルに対する影響は光学系のコンポーネント (スリット、ビームストッパー等) で十分抑制できていること
- ・ 第 2 ハッチに設置された真空パスの窓材もしくは空気パスからの散乱を低減することで USAXS レイアウトの BG プロファイル低減できる可能性があることを意味する。

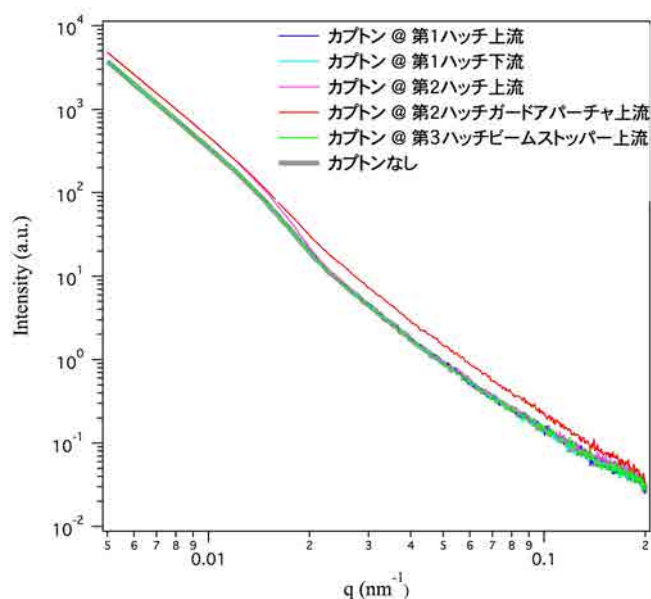


図 3. USAXS レイアウト中のチェック箇所 (図 1 参照) に 125 μm 厚のカプトンフィルムを透過配置で設置した時の BG プロファイル(5 分露光)。

次に (2) サンプル周りの空気中のビームパスの長さによる BG の影響の検討について、USAXS レイアウトの結果を図 4 に、SAXS レイアウトの検討結果を図 5 に示す。検出器の露光時間は 5 分である。USAXS レイアウトでは標準的なサンプル周りの空気パスの長さ 4 cm に対し、12 cm まで長くして比較してみたが、ほとんど変化がなかった。すなわち、USAXS レイアウトではサンプル周りの空気パスからの散乱は BG プロファイルにほとんど影響していないことがわかった。

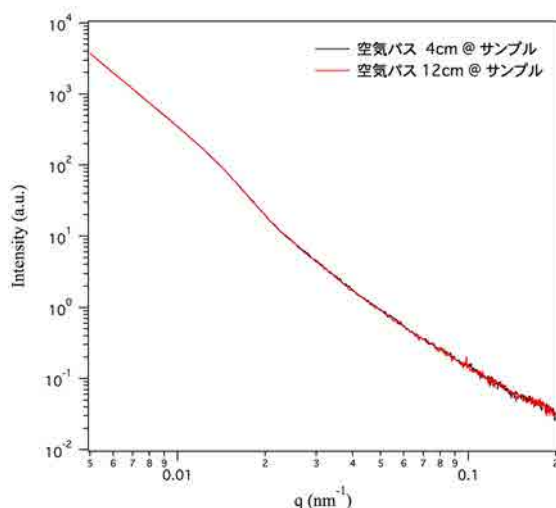


図 4. USAXS レイアウト中のサンプル周りの空気パス (図 1 参照) の長さを変更した時の BG プロファイル。

SAXS レイアウトでは標準的なサンプル周りの空気パスの長さ 4 cm に対し、8 cm、12 cm に長くして BG プロファイルを比較してみた。検出器の露光時間は 10 秒である。その結果、サンプル周りの空気パスを長くすると  $q = 0.2 \text{ nm}^{-1}$  以上の BG プロファイルが増大することがわかった。その程度は標準の 4 cm に対し 8 cm で約 1.5 倍、12 cm で約 2 倍程度である。

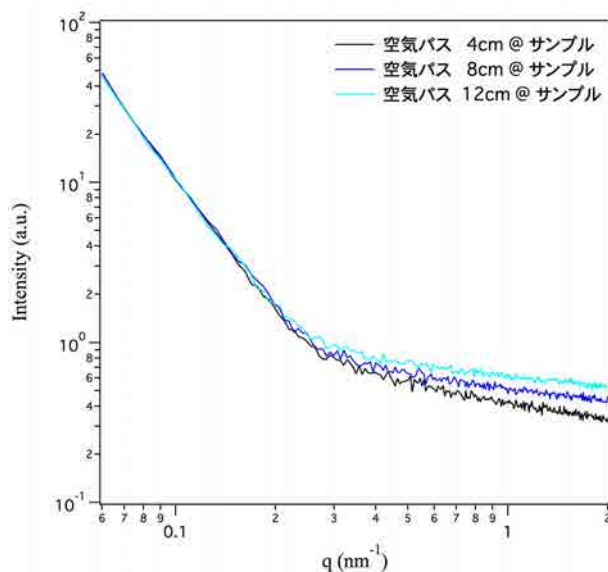


図 5. SAXS レイアウト中のサンプル周りの空気パス (図 2 参照) の長さを変更した時の BG プロファイル。

次に (3) 真空パスの窓材による BG への影響検討として、窓材のカプトンフィルム及びスペリオ UT フィルム、Be 窓の USAXS 及び SAXS プロファイルを測定した結果を図 6 に示す。図 6(a) は USAXS、図 6(b) は SAXS のデータを比較して示したものである。露光時間は USAXS で 5 分、SAXS で 100 秒である。データはそれぞれ透過率補正を施し、BG を差し引いてある。結論から述べるとスペリオ UT からの散乱は USAXS、SAXS の両測定域ともに他の窓材よりも十分に小さく、BG 低減対策に適した窓材であることが確認できた。図 6(a) のスペリオ UT のデータが散乱プロファイルが荒れており、極低  $q$  域で欠落しているのは測定データと BG プロファイルとの差が非常に小さいことが原因である。USAXS、SAXS の両データを合わせて比較してみると、まずカプト

ンフィルムと比べてスペリオ UT の散乱は全体的に 1/10 以下である。また、Be 窓とスペリオ UT を比較すると SAXS の高  $q$  域ではほぼ同等であるが、低  $q$  域でやはりスペリオ UT の方が散乱が 1/10 以下程度も小さいことがわかった。

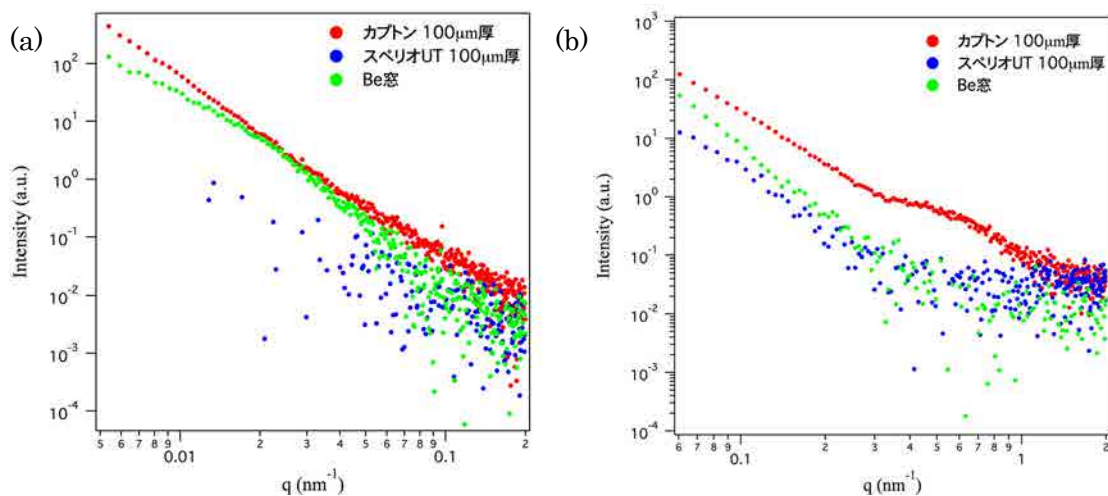


図 6. 真空パスの窓材であるカプトンフィルム (100  $\mu\text{m}$  厚)、スペリオ UT フィルム (100  $\mu\text{m}$  厚)、Be 窓の USAXS レイアウト(a)及び SAXS レイアウト(b)で測定した散乱プロファイル。

#### 今後の課題：

今回の結果をまとめると、まず USAXS レイアウトについて検討した結果、装置の構成部品起因の BG 源は主に第 2 ハッチにあることが予想された。その BG 源の種類について検討した結果、まずサンプル周りの空気パスからの散乱は空気パスの長さを変更しても BG プロファイルにほとんど影響がないことから無視しても良いことがわかった。さらに真空パスの窓材からの散乱について、窓材の種類による散乱プロファイルの違いを比較したところ、現状のカプトンフィルムよりスペリオ UT フィルムの方が、散乱強度が 1/10 以上小さかった。つまり、第 2 ハッチの真空パスの窓材をスペリオ UT に変更することでより BG を抑制できる可能性があることがわかった。今後、この点について USAXS レイアウトの改造を検討する。

また、SAXS レイアウトについて検討した結果、まずサンプル周りの空気パスからの散乱について空気パスの長さに対する BG プロファイルの依存性を調べたところ、長くなるにつれて特に高  $q$  域で数倍程度大きくなることが確認された。しかしながら、SAXS レイアウトについては十分 BG の抑制が達成できており、この数倍程度の変化はそれほど深刻な影響とは考えられない。この影響の深刻度はサンプルの信号強度次第であり、問題になるかどうかは利用者の判断にゆだねられる。今回得たデータは今後ユーザーの判断材料として活用する予定である。さらに窓材からの散乱について USAXS と同様に窓材の種類による散乱プロファイルの違いを比較したところ、やはり SAXS の測定  $q$  レンジでも現状のカプトンフィルムよりスペリオ UT フィルムの方が、散乱が 1/10 以上小さかった。今後、SAXS レイアウトについても真空パスの窓材変更を検討する。

©JASRI

(Received: September 29, 2017; Early edition: April 25, 2018;  
Accepted: July 3, 2018; Published: August 16, 2018)