

ナノスケールX線構造評価装置 NANOPIX



3.5 m システム

1. はじめに

小角X線散乱法 (SAXS: Small Angle X-ray Scattering) は、ナノスケールの構造評価に役立つ手法として研究開発から品質管理まで広く用いられています。対象となる物質は幅広く、固体、液体、液晶、ゲルなどの規則・不規則構造の分析に加え、ナノ粒子の粒子径分布計測、タンパク質分子の立体構造解析や離合・集散評価、炭素繊維強化樹脂 (CFRP) などの先端材料研究などに役立ちます。今日の先端材料は、そのほとんどがナノスケールの微細構造が高度に制御された材料と言えます。小角X線散乱法は、ナノスケールの構造やその不均質性を電子密度の不均一領域により生じる散漫散乱を測定することによって調べる手法です。例えば、10 nmの周期構造の散乱はCu K α 線 ($\lambda=0.15418$ nm) を使用した場合、 $2\theta\sim 0.4^\circ$ 付近にピークとして観察されます。そのような散乱は低角度側 ($2\theta<5^\circ$, 小角領域) に生じることから小角散乱と呼ばれます。NANOPIXは、小角散乱測定に最適化されているのみならず、サブナノメートルオーダーの構造情報が得られる広角回折・散乱も測定することできるマルチスケールの構造に対応した測定装置です。2.0 mシステムと3.5 mシステムをラインアップしており、測定対象に応じたシステムを選べます。



図1. NANOPIX 2.0 m システム。

2. 特長

2.1. ナノ構造の評価に適した高い小角分解能

マイクロフォーカス専用に設計された高輝度X線発生装置MicroMax-007 HFMRを採用し、長焦点多層膜集光素子OptiSAXSと低散乱・高強度ピンホール・スリットClearPinholeの組み合わせにより、実験室系小角X線散乱測定装置として最高レベルの小角分解能 ($Q_{\min}\sim 0.02\text{ nm}^{-1}$) を実現しました。また、X線発生装置と多層膜集光素子を一体化したビームモジュール (図2) により、高い安定性と再現性を実現しました。

2.2. 高性能2次元半導体検出器 HyPix-3000

光源・光学系性能と同様に、検出器は小角 X 線散乱測定装置に重要な構成要素です。NANOPIX はハイブリッド型多次元ピクセル検出器 HyPix-3000 を標準搭載しています (図3)。HyPix-3000 は、空間分解能 $100\ \mu\text{m}$, 775×385 画素, 受光面積 $77.5\ \text{mm} \times 38.5\ \text{mm}$ という高性能2次元半導体検出器であり、異方性のある材料からの回折・散乱情報も余さず測定することが

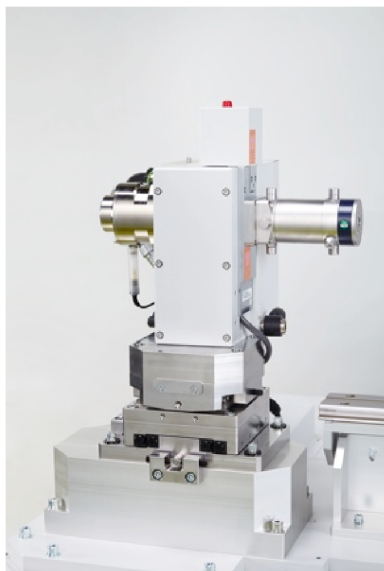


図2. ビームモジュール外観.



図3. NANOPIX に搭載された HyPix-3000.



図4. 真空パス換装機構 (左) および試料ステージ (右).

できます。また、より広い角度範囲の測定が必要な場合には2モジュール構成で大面積化された HyPix-6000 (オプション) も搭載可能です。

2.3. 試料-検出器距離変更が簡単

先端材料に見られるナノ構造の構造階層性を評価するためには、小角領域から広角領域まで幅広い散乱角をカバーする必要があります。使用する X 線の波長が固定された実験系装置では、試料と検出器の距離を変えることによって測定する角度範囲を調整します。また、試料からの散乱を精度良く測定するためには試料から検出器までを真空にすることで空気からの散乱を極力低減する必要があります。NANOPIX では、試料-検出器距離の変更を真空パスと試料ステージのスライドにより実現しました (図4)。この機能により操作性が向上し、最適な条件での測定が容易になりました。

2.4. 様々な試料環境での測定に対応

小角 X 線散乱測定に置いては、温度などの試料環境をコントロールしながら測定する「その場観察 (in-situ 測定)」のニーズが大きくなっています。NANOPIX には、様々な温度・湿度の条件下で測定できるアタッチメントが用意されています。また、これらを簡単に装置と組み合わせられるように、汎用性の高いアタッチメントのマウントと電動ステージを採用しています。この電動ステージは、リガク製もしくはサードパーティ製のアタッチメントだけでなく、ユーザー独自のアタッチメントも簡単に取り付け可能です。

3. アプリケーション例

3.1. コラーゲン

コラーゲンは約 $65\ \text{nm}$ の規則構造を有することが知られており、小角専用機の性能確認に使用されることが多い材料です。鳥の足の腱に多く含まれるコラーゲンからの回折像を図5に示します。約 $65\ \text{nm}$ に対応する一次ピークがはっきりと捉えられており、本装置が十分な小角分解能を有することが示されました。

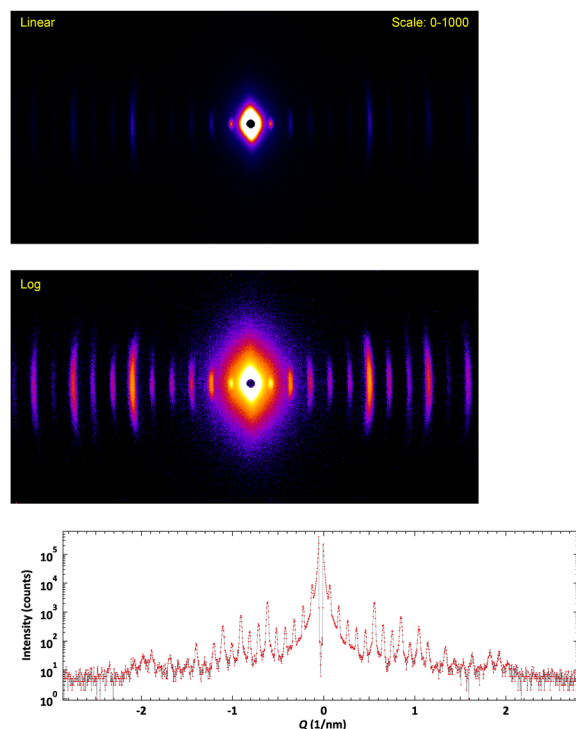


図5. コラーゲンからの小角回折像（上）通常スケール，（中）対数表示，（下）その1次元プロファイル。

3.2. ナノ粒子

「ナノ」は10億分の1を表し、ナノ粒子は1 nmから100 nmの大きさを有する粒子を指します。図6にはシリカ粒子を分散した溶液からの散乱パターンを示しています。散乱パターンから平均粒径は約120 nmであることが得られました。

4. おわりに

NANOPIXは、光源、光学素子、光学系、そして検出器などの要素技術において、最新の進歩を取り入れるとともに、従来装置NANO-Viewerの良さであった試料環境の自由度を継承しつつ、より簡単に操作できるシステムとなっています。小角分解能は約100 nmから約300 nmへ向上、検出可能面積は100 mm径から200 mm径へアップし、測角範囲も向上しました。試料位置におけるX線強度は2ピンホール光学系の採用により約15倍になりました。また、高空間分解能の2

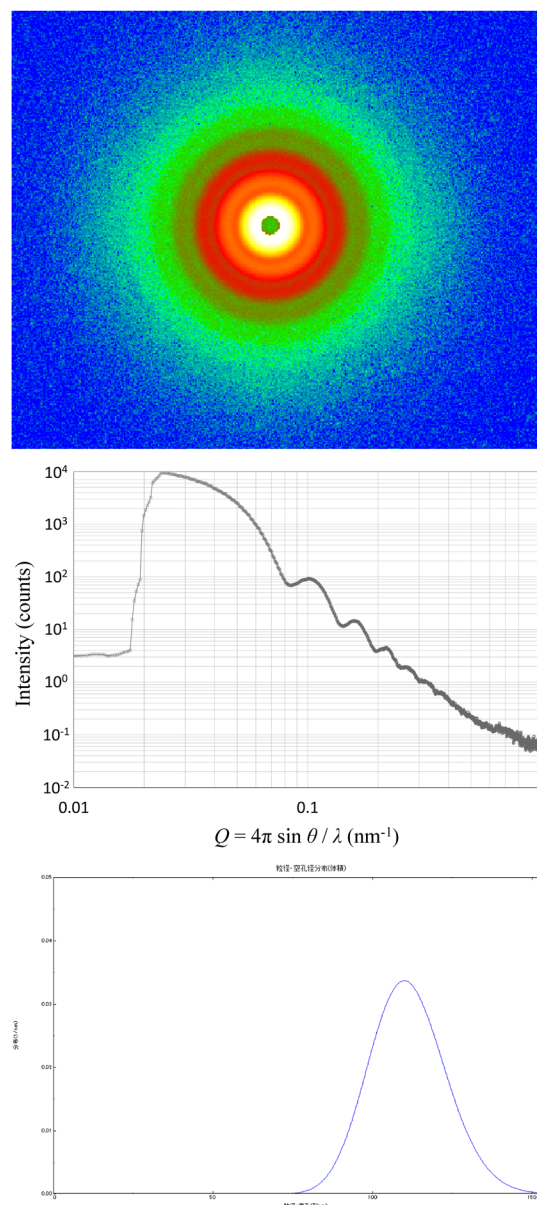


図6. ナノ粒子からの散乱像（上）と円環平均後の1次元データ（中）、粒子径分布解析結果（下）。

次元半導体検出器HyPixにより、得られる情報量も増加しました。NANOPIXは、以前は放射光施設でなければ得られなかった高度なデータを実験室で得ることを可能にし、先端材料の研究開発の加速に貢献します。