

## BL14B2 産業利用Ⅱ

### 1. 概要

本ビームラインは、三本ある産業利用ビームライン BL19B2、BL14B2、BL46XUの一本であり、XAFS専用として2007B期から供用を開始した。自動車触媒や工業触媒の反応過程をその場測定するために必要なガス設備は、2007B期の試験運用を経て2008年度から本格的な運用が開始されている。また、産業利用に特化した制度として測定代行が2007年11月から試行され、2008年度から本格実施されている。

2009年度における測定代行の利用状況であるが、2009A期は、その第1期は全く利用が無く、第2期の4課題（24時間）のみであった。通常、年度前半のA期は利用が少ない傾向にあるが、2008A期の半分程度と極端に少なかった。これは、2008年9月に起こった金融恐慌（リーマンショック）が一因であると推測している。後半の2009B期は、18課題（132時間）と2008B期以上に利用が回復した。全体の利用として、2009A期は、申請課題数が重点産業利用課題、成果専有課題、成果公開優先利用課題ともに2008B期と同程度であった。2009B期においては、2008B期と比べて成果専有課題が減少したが、その一方で、成果公開優先利用課題が急増するという逆転現象を示した。ただし、成果専有課題と成果公開優先利用課題を合わせた割合は大きく変化していない。重点産業利用課題においては、2008B期の申請課題数が67課題であったのに対して2009B期では48課題と減少し、実質的な競争率は約1.5倍であった。申

請課題数としては2/3程度の減少であったが、光学調整とXAFS測定の自動化による効率化などの影響によって、実効的な倍率はさらに低下し、2009B期は2008B期の約1/2になっている。

XAFS分析装置の機器整備としては、産業利用ユーザの利便性の向上と測定の効率化を目的として光学調整とXAFS測定の自動化を進めている。2008年度には、自動化に必要な基盤技術として、X線強度モニターに使用しているイオンチェンバー用ガス設定の外部制御システムと測定試料の交換をハッチの出入り無しに行うことができるように試料自動搬送装置（名称：Sample Catcher）を開発した。詳細については、2008年度のSPring-8年報を参照されたい。2009年度は、光学調整の完全自動化と自動XAFS測定システムの開発を行った。その詳細を以下に示す。

### 2. 光学調整の完全自動化

2008年度は、光学調整の完全自動化に必要な技術であるイオンチェンバー用ガス設定の外部制御の開発を行った。これによってイオンチェンバー用ガス設定が非常に簡便となり、測定能率が向上した。

2009年度は、イオンチェンバー用ガス設定の外部制御機能を組み込んだ光学調整の完全自動化プログラム「Auto Optics」を開発した。図1にBL14B2の光学系とXAFS測定システムの構成を示す。光学ハッチに二結晶分光器と第一ミラーを有し、実験ハッチ内に第二ミラーとXAFS測定用機

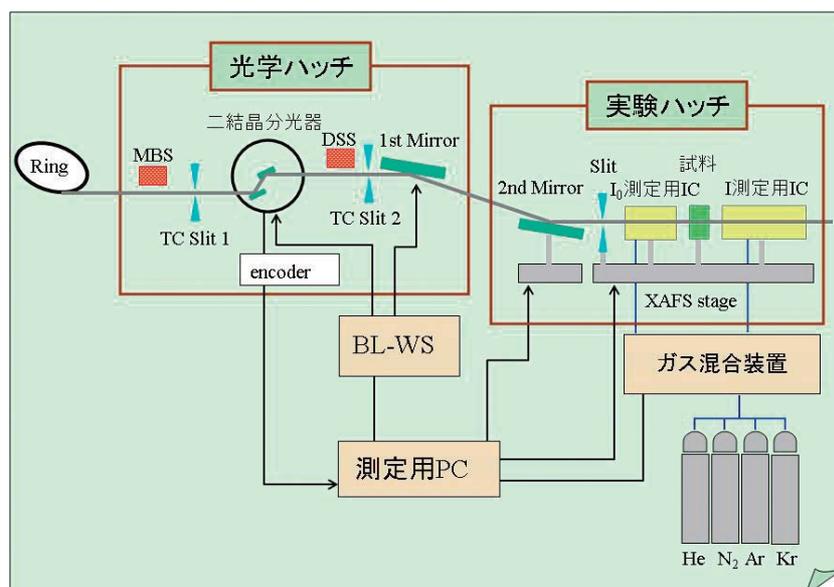


図1 BL14B2構成図

器を載せたステージを設置している。光学調整手順を図2に示す。XAFS実験を行うにあたって、測定吸収端（測定エネルギー）に応じて、二つの分光結晶の平行性、定位置出射条件、第一ミラーと第二ミラー・輸送チャンネル（TC）スリットおよび実験ハッチ内スリット・ステージの位置などについて上流から順に調整する必要がある。従来の光学調整は、測定吸収端に合わせて各光学機器の位置を調整するためのスキャン結果をユーザが判断する必要があったため、熟練したオペレータが操作する必要があった。さらにQuick-XAFS (QXAFS) の導入による測定の効率化によって、複数の吸収端における測定を実施するユーザが増加し、光学調整の頻度が高くなり、深夜・早朝における調整も日常的となってきた。そこで、熟練したユーザでなくても簡単に光学調整を行えるようにし、効率的に実験を遂行できるように光学調整の完全自動化プログラムを開発した。図3に完全自動光学調整プログラムのフロントパネル（Fe-K吸収端の場合）を示す。従来入力パラメータであった分光器角度やミラー角、スリットサイズなどを光学調整プログラム内で計算し推奨値として出力することにより、ユーザは測定する吸収端と分光結晶面の選択のみで光学調整を開始できる。吸収端を選択するためのボタンは周期性に従って配列し視覚的に捉えやすいデザインにした。また、昨年度開発したイオンチェンバー用ガス設定の外部制御機能を組み込むことにより、イオンチェンバーに供給するガス種や流量も測定吸収端に合わせて自動で設定し、光学調整中に適当なガスへの置換を自動で行えるようにした。各光学機器の位置調整のためのスキャン時に、スキャン範囲がNGと判断されれば自動的に再スキャンを行う。このスキャン結果自動判定機能を組み込むことで光学調整の完全自動化を実現した。

光学調整の自動化については、2009年6月から供用を開始し、数回に渡るプログラム改良を経て2009年度中に完成した。従来の光学調整と比較すると、スキャン結果の自動判定機能の効果により、光学調整に要する時間は約1/2に短縮された。光学調整の完全自動化は、利便性の向上のみならず効率化にもつながっている。

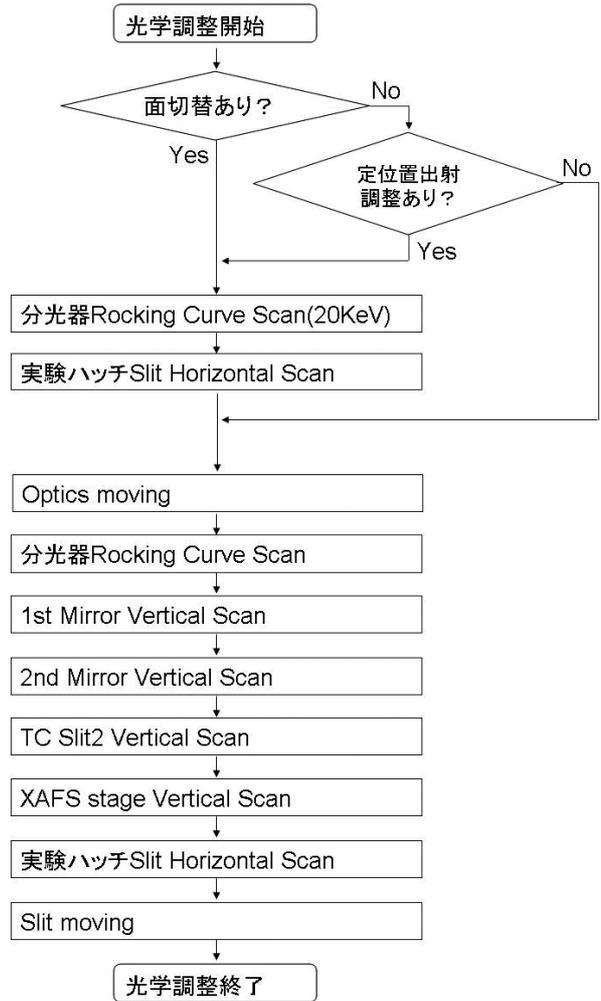


図2 光学調整フローチャート

### 3. 自動XAFS測定システム

2008年度は試料自動搬送装置「Sample Catcher」の開発を行った。この装置の導入により、一度試料をセットしておけば（最大80個までセット可能）実験ハッチに入入りすることなく試料交換が可能となり、実験効率が大幅に向上した。

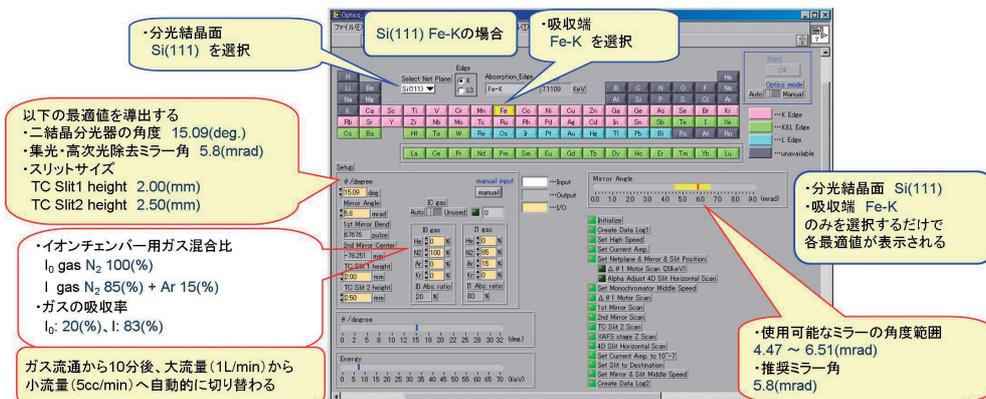


図3 自動光学調整プログラム (Auto Optics)

2009年度は、前年度に開発したSample Catcher制御プログラムと既存のQXAFSプログラムに加え、新たに電流電圧変換アンプの増幅率調整プログラムを開発し、これらを組み合わせることにより自動XAFS測定プログラム「Auto XAFS」の開発を行った。図4にプログラムのフロントパネルを示す。試料名、データファイル名、測定範囲等の測定パラメータはフロントパネル上で予め入力しておく。あるいは、前もってエクセルファイルに測定パラメータを入力しておけば、それを読み込むことにより一括設定することも出来る。電流電圧変換アンプの増幅率調整モードは、指定ブラッグ角（最大2点設定可能）で増幅率を自動調整するモードや、直前測定試料と同じ増幅率に調整するモード、手動で指定した増幅率に調整するモードのいずれかを選ぶことが出来る。試料位置調整モードは、ペレット試料のように自動位置調整が可能な試料では「オート」モードを、金属フォイルのように、光のサイズに比べて試料が十分に大きく、試料ホルダーの中心に光軸を合わせれば十分な場合には「センター」モードを、試料形状が複雑で自動位置調整が不可能な場合は、測定者が手動で位置調整を行う「マニュアル」モードを、というように、試料形状に合わせて選択すればよい。フロントパネル上で測定条件をすべて入力してスタートボタンを押せば、透過法QXAFSの測定（最大80試料）が全て自動で行われる。（但し、手動試料位置調整モードを選択した試料については、その都度ユーザが手動で位置調整を行う必要があるもので、完全な自動測定にはならない。）

まだ改良の余地は多少あるものの、本年度で透過法QXAFSの自動測定システムが概ね完成した。本システムのユーザへの供用は既に開始しているが、試料交換、アンプの増幅率調整、測定パラメータ入力等を試料ごとに行う必要がなくなり、ユーザやビームラインスタッフの負担が大幅に軽減した。従来であれば、2、3人で測定を行っていたところ、測定に不慣れな場合でも1人で実施できるよ

うになった。また、測定時間を最大5割程度（平均2割程度）削減することができ、大幅な効率化を達成している。2010年度は本システムを蛍光法へ対応させ、さらなる省力化・効率化を目指す予定である。

産業利用推進室 産業利用支援グループ  
本間 徹生、谷口 陽介、陰地 宏



図4 自動XAFS測定プログラム (Auto XAFS)