

BL19B2 産業利用 I

BL19B2は産業界による放射光利用を目的としており、産業界の多様なニーズに対応するため、イメージング装置、多軸回折計装置、粉末回折装置及び小角散乱装置といった複数の装置が設置されている。必然的に装置の切り替えに要する時間が長くなるため、その効率化や測定の効率化が重要になっている。イメージング装置では実験中に測定結果の確認を迅速に行うため、再構成プログラムの高速化を行った。多軸回折計では金属材料のラインプロファイル解析を時分割で行うために、広い角度範囲の回折プロファイル測定できる1次元検出器 MYTHEN を導入した。これにより変形中または熱処理中の金属組織変化のダイナミクスを in-situ 観察できることが期待される。粉末回折装置では測定の完全無人・自動化を目指しており、読み取り作業が必要な検出器 IP (Imaging Plate) からの脱却を図りたい。この目標を達成するために、IPを使用した結晶粒度評価に代わる評価法を開発した。小角散乱装置では測定及び装置切り替えの効率を向上させただけでなく、実験者の負担を低減することができた。それぞれの装置の高度化について以下に示す。

イメージング装置

CT (Computed Tomography) や SRCL (Synchrotron Radiation Computed Laminography) の再構成プログラムの高速化を行った。図1に改良前後の再構成プログラムのフローを示す。工程の見直しと並列化が主な変更点である。画素数が886 (W) × 584 (H) の画像1800枚からなるCT測定データを Intel Core i7-3770K で再構成したところ前処理に要した時間は約5分、断面像(画素数869 × 869)1枚当たりのバックプロジェクションに要した時間は8秒であった。以前のプログラムでは断面像1枚当たりの再構成に要した時間は40秒であった。これらのプログラムは LabVIEW で作成し、実行形式でユーザーに提供している。

多軸回折計

制御・情報部門と共同で、in-situ 時分割 X 線回折実験用の1次元検出器の整備を行った。検出素子は DECTRIS 社製1次元検出器 MYTHEN を6個ライン上に並べ、HUBER 社製多軸回折計の検出器アームに搭載可能なケースに収納した (図2参照)。図2は超微細粒 Cu 材の焼鈍中

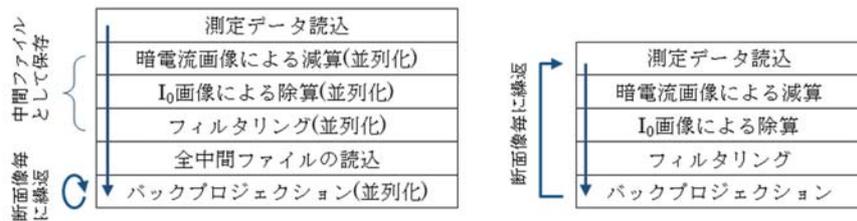


図1 再構成プログラムのフロー。改良後(左)と改良前(右)。

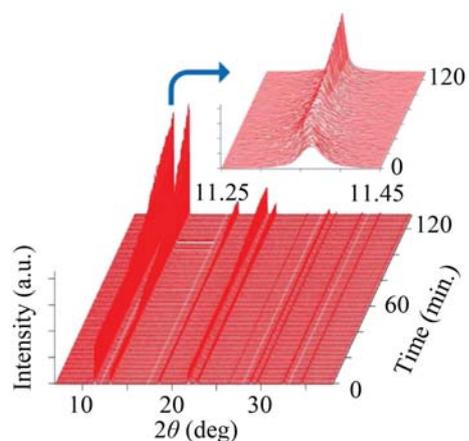
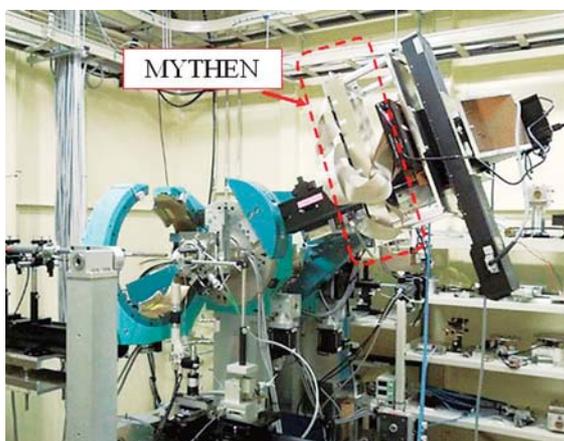


図2 1次元検出器を搭載した多軸回折計写真(左)と焼鈍中の超微細粒 Cu 材の X 線回折プロファイルの時間変化(右)。(111)面の回折ピークを拡大。X線エネルギー 30 keV、ビームサイズ 3 × 0.3 mm、透過配置。

(加熱温度 500°C) の X 線回折プロファイルの時間変化を測定した結果である。各プロファイルデータの露光時間は 60 sec であった。回折角度は 7~38° の広範囲を測定することができた。温度上昇に伴い、熱膨張により回折角が低角側にシフトするとともに焼鈍によって結晶粒が成長し、回折ピークがシャープになっていく様子が観察できた。

粉末回折装置

オンラインの 1 次元検出器である MYTHEN による結晶粒度評価法を開発した。本手法では、試料を回転させながら回折強度を時分割測定し、この時の強度の揺らぎ幅から結晶粒度の評価を行うことができる。図 3 に示すように、平均強度の平方根(黄色帯)に対する強度変化の標準偏差(青色帯)の比は、結晶粒径と相関を持つことが見てとれる(大坂ら、第 48 回 X 線分析討論会)。

小角散乱装置

測定能率の向上を目指し、以下の 3 項目について高度化を行った。

(1) 入射ビーム強度の向上

第 2 ミラーに水平集光用のシリンドリカルミラーを導入した。第 2 ミラー位置で 5 (水平) × 0.7 (垂直) mm のサイズのビームが第 3 ハッチの検出器位置で約 0.2 × 0.2 mm まで集光された。図 4 に参照試料の測定データを示す。信号強度を約 50 倍に向上することができた。

(2) 真空パス交換の自動化

n-SAXS (X 線小角散乱) レイアウトと USAXS (X 線極小角散乱) レイアウトを変更する際に行う真空パス(直径 20 cm、長さ 3~5 m)の交換作業を自動化した。図 5 に示すように第 3 ハッチ内にビームに水平面内で垂直方向に移動する大型自動ステージを設置し、その上

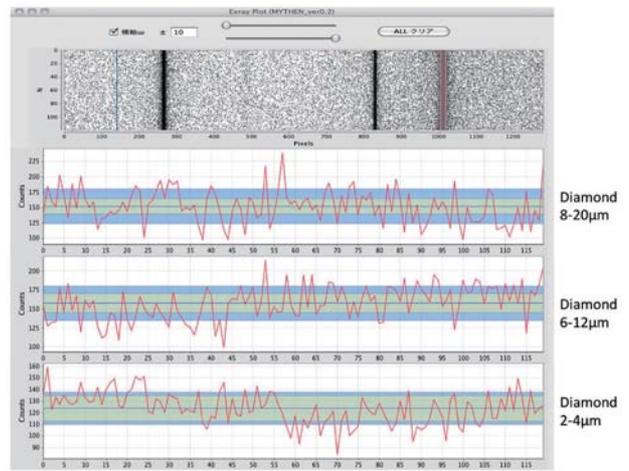


図 3 1 次元検出器 MYTHEN の時分割検出機能を利用した結晶粒度評価法。

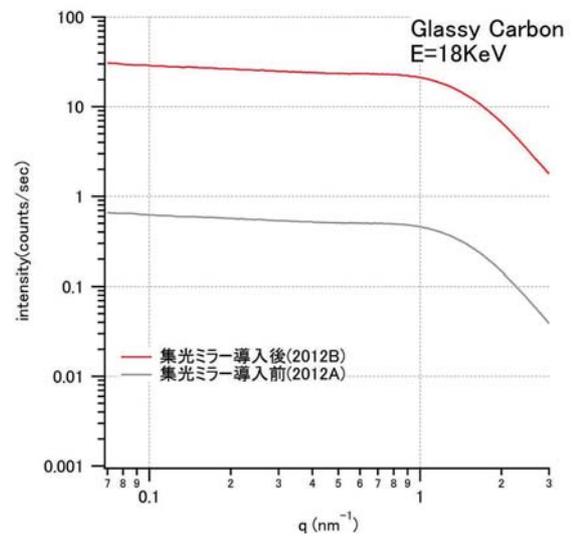


図 4 水平集光ミラー導入前後の Glassy Carbon の n-SAXS 測定データ。

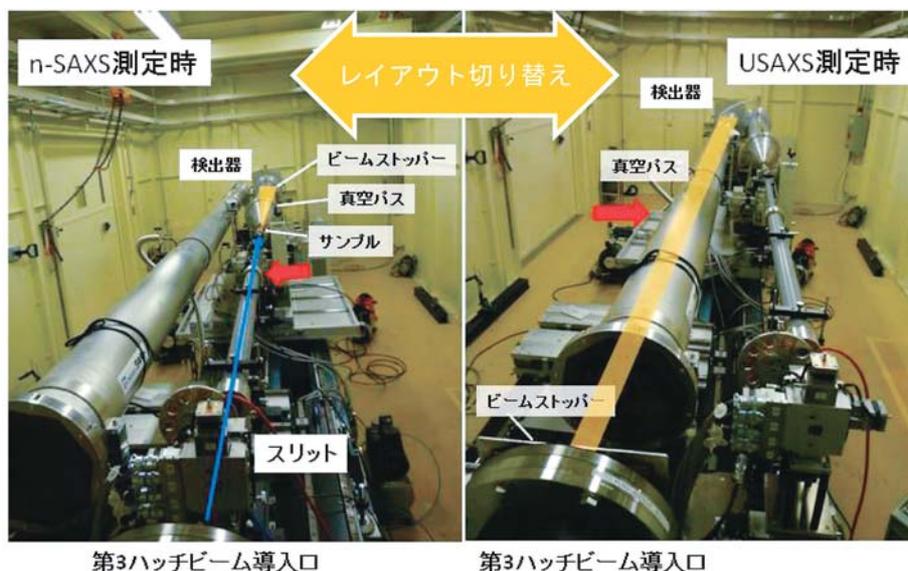


図 5 真空パス交換用自動ステージを設置した第 3 ハッチのレイアウト。

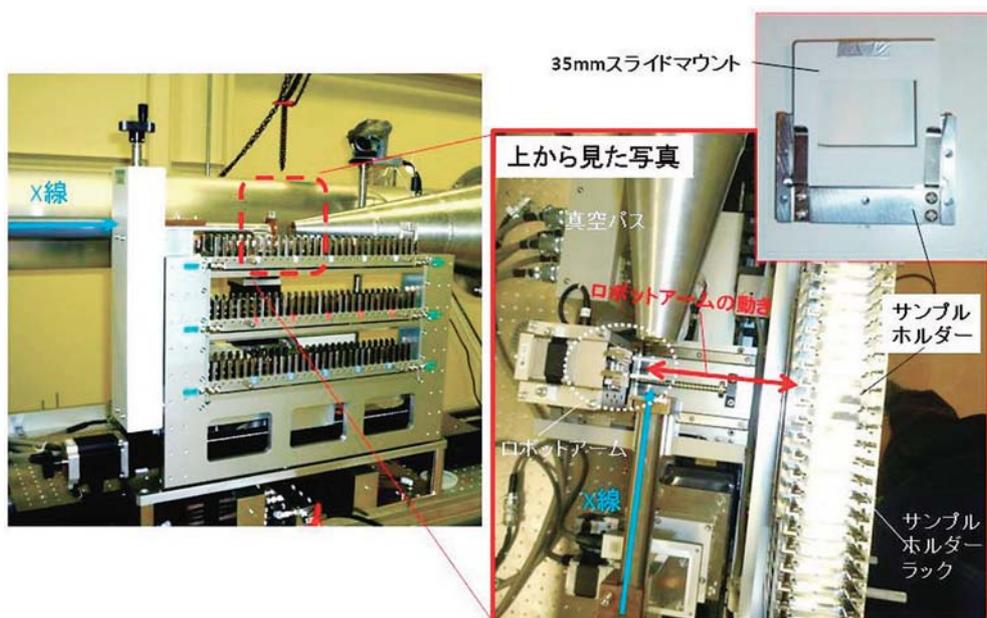


図6 SAXS測定試料自動交換ロボットHummingBird。

にn-SAXSとUSAXS用の真空パスを設置した。これにより約10分で真空パスの交換が可能となった。

(3) 試料交換の自動化

図6に示す測定試料の交換を自動で行う試料交換ロボットHummingBirdを導入した。市販の35mmスライドマウントに固定された試料が専用の試料ホルダーに設置され、試料ホルダーラックに並べられる。一度に並べられる試料数は90個であり、測定プログラムで自動的に連続測定を行うことが可能である。これにより実験ハッチの開閉によるタイムロスが減らすことができただけでなく、深夜に及ぶ実験者の負荷を大幅に低減することが可能となった。

産業利用推進室

梶原 堅太郎、佐藤 眞直、大坂 恵一