

## 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。イメージング装置では測定時間短縮のために測定方法を改良し、多軸回折計では信号強度増加のために小角散乱用に導入したシリンドリカルミラーを本装置にも適用した。粉末回折装置では測定代行用の試料を安全に運搬するために搬送バッグを準備し、小角散乱装置では散乱強度が微弱な試料でも評価できるようにバックグラウンド強度を低減した。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

BL19B2のCT測定の高速化を行った。従来の測定手順は、試料を僅かに回転させた後に試料の透過像を測定・保存することを繰り返して行っており、回転ステージの始動、停止に時間を要していた。そこで、試料の回転を逐次停止させずに、連続で回転させながら試料の透過像を測定する制御プログラムを作成した。

試料の回転速度は次の式から算出したものを目安とした。

$$\text{回転速度 [rad/s]} = 2 / (\text{横方向の画素数} \times \text{露光時間})$$

これは回転中心から最も遠い画素で測定される試料中の部位が、露光時間中に1画素だけ回転する速度である。

回転ステージは台形駆動をするため（図1参照）、一定の回転速度になるまで、画像の測定開始を遅らせ、また、その間に回転する角度分だけあらかじめ逆方向に回転させることにした。

試料回転中に得られる全ての画像ファイルは、浜松ホトニクス製のカメラ制御ソフトウェア HIPICを使い、一つのファイル（HIS形式）に追記する方法で保存した。

このファイルは一般的な形式でないため、個別の画像

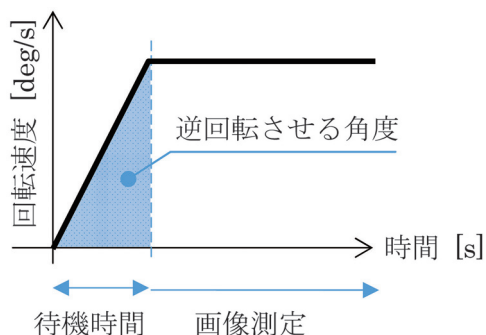


図1 回転ステージの台形駆動

ファイルに展開するImageJのプラグインを作成した。同時に、このプラグインでは画像取得時の試料角度をテキストファイルに書き出すことができる。この角度情報は、HISファイルに記録された画像取得時のタイムスタンプと回転速度から算出した値である。

この測定方法で、測定時間は大幅に短縮された。例えば、あるユーザー実験では測定時間が40分から7分に短縮された。

### 多軸回折計

2012年度に小角散乱装置の入射X線フラックスの向上を狙って水平集光用のシリンドリカルミラー（第2ミラー）を導入した。2013年度はこのミラーを応用して第2ハッチに設置されている多軸回折計を用いた測定での能率向上を目指し、シリンドリカルミラーの集光条件の検討を行った。その結果、入射角3.6 mradの条件で、第2ミラー位置で10（水平）×3.5（垂直）mmのサイズのX線が、多軸回折計の検出器位置で約0.3×0.2 mmまで集光された。図2に標準試料LaB<sub>6</sub>粉末の回折プロファイル（110反射）を示す。X線エネルギーは12.398 keVであった。ミラー導入前の試料へ入射したX線サイズは1.0×0.1 mmであった。水平集光ミラーを導入することで信号強度が約6倍に向上することが確認できた。

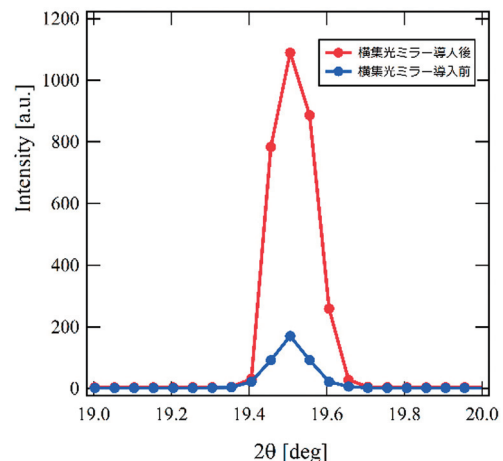


図2 水平集光ミラー導入前後のLaB<sub>6</sub>粉末の回折プロファイル

BL19B2第2ハッチに設置されている粉末回折装置（大型デバイセラーカメラ）および「全自動試料交換・測定システム（JukeBox）」では、施設留保ビームタイムの一部を利用して「測定代行」を実施している。粉末回折測定代行では、実施課題のうち約3分の2が、ユーザーは実験に

立ち会わずに測定試料を郵送する形式で実施されている。試料郵送の際、試料を安全にビームラインまで運ぶために、専用の搬送キャリアを準備した(図3)。このキャリアは、5試料装填可能なトレイ、およびトレイを6個収納できるバッグからなる(すなわち、最大収納数:30個)。試料が少数の場合は、トレイのみでも使用可能である。測定試料は試料ホルダに固定した状態で装填する。このキャリアを利用すると、ガラスキャピラリーに粉末を充填した壊れやすい試料でも、破損を回避する事ができる。

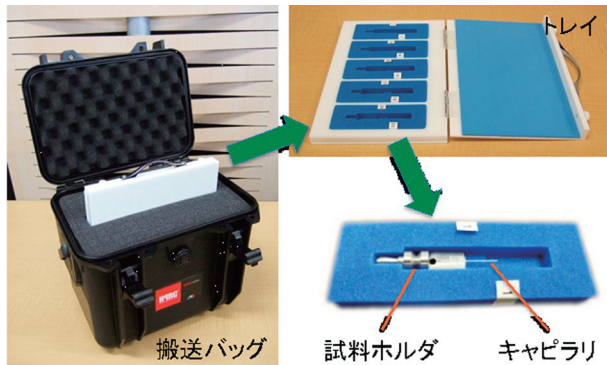


図3 測定代行専用の試料搬送キャリア

#### X線小角散乱

近年、極小角X線散乱(USAXS)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小角散乱(SAXS)の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た。このBG低減のための装置レイアウト改造を検討するために、USAXS測定におけるBG源の調査を行った。実験条件はX線エネルギー18 keV、カメラ長42 mである。

実験ハッチにおける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。最初に第1ハッチから第3ハッチまでの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4(a)に示したレイアウト中の各箇所に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。その結果を図4(b)に示す。第1ハッチ、第3ハッチからの影響はほとんどなく、第2ハッチからの影響が顕著であることから、BG源が主に第2ハッチの真空パスの窓材もしくは空気パスからの散乱に起因することが分かった。次に窓材の変更によるBG低減効果を検討するため、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ベリオUT(三菱樹脂製)のUSAXSプロファイルと比較した。カプトンフィルム、スベリオUT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。そのBG差し引き済みの結果を図5

に示す。スベリオUTからの散乱はカプトンフィルム、Be窓より2桁程度低い。さらに、サンプル周りの空気の散乱の影響を検討するため、現状のサンプル空間の空気パス(長さ4 cm)の条件と空気パスを12 cmに長くした条件でのBGプロファイルと比較した。結果として、空気パスの長さによる変化はなかったことから、BGに対する第2ハッチの空気パスの散乱の寄与は無視できることが分かった。これらの結果を基に、第2ハッチのカプトン製の真空パス窓材をスベリオUTに変更した結果、BGは半分以下に低減した。

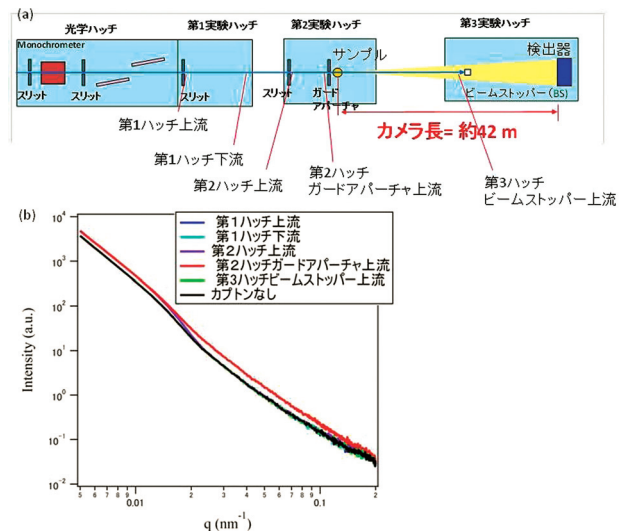


図4 125 μm厚カプトンフィルムの散乱によるBG発生箇所検討の結果。(a)カプトンフィルム設置場所、(b)カプトンフィルムの散乱によるUSAXSのBGプロファイルへの影響

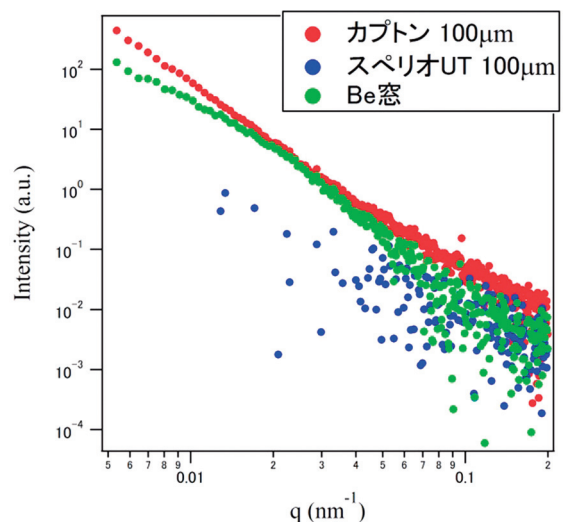


図5 各種窓材(カプトン、スベリオUT、Be窓)のUSAXSプロファイル

産業利用推進室

産業利用支援グループ

梶原 堅太郎、小金澤 智之  
大坂 恵一、佐藤 眞直