

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X線回折計装置、粉末回折装置及び小角X線散乱装置といった複数の装置が設置されている。2015年度は新規ニーズ開拓のための新利用技術開発として、イメージング装置において凍結試料X線CT測定用の試料冷却装置の開発、多軸回折装置において赤外線加熱による試料加熱装置の開発を行った。また、小角X線散乱装置においては、2014年度後半期から開始した測定代行における測定能率向上要求に応えるため、測定時間の短縮化を目的とした試料X線透過率測定機構の改造を行った。以上の活動について、装置毎に詳細を説明する。

イメージング装置

産業利用推進室では近年、新規利用分野開拓の一つのターゲットとして、食品分野の潜在利用ニーズの探索を行っている。その潜在利用ニーズの候補として冷凍食品分野における冷凍食材中の氷組織非破壊観察がある。この氷組織は密度差が小さいため、実験室系のX線CT装置では識別ができないという技術的課題がある。この課題への放射光X線CTの適用を検討するため、本装置用の試料冷凍装置の開発を行った。図1にその外観写真を

示す。X線CT測定装置の試料回転ステージ上に、試料搬送時の温度上昇を防ぐためのドライアイスポットを設けた試料ホルダーを介して凍結試料を設置する。この試料の周りを囲むように内側に液体窒素ガスの吹出し口を設けた冷却筒を設置する。冷却筒には写真のようにX線の透過窓を設けており、試料の回転も可能であるため、冷却しながらX線CT測定が可能である。この装置を用いて測定した冷凍マグロ中の氷組織の断層像を図2に示す。測定した条件はX線エネルギー = 12.4 keVで、X線ミラーを4 mradに設定して高調波成分を除去している。線吸収係数の低い（明るい灰色）部分が氷、高い（暗い灰色）部分がマグロの身の部分に相当する。このように冷凍食品試料のX線CT測定に光源として放射光を応用することにより氷組織を明確に識別可能であることがわかった。

多軸X線回折計装置

X線回折実験技術では、セラミック材料分野を新規利用分野開拓の一つのターゲットとして潜在利用ニーズの探索を行っている。その候補の一つとして、高温プロセス中の材料の相変態挙動その場観察がある。セラミック材料は主に製造過程における800～1000°C以上の高温反応によって形成される結晶相や結晶化度によってその

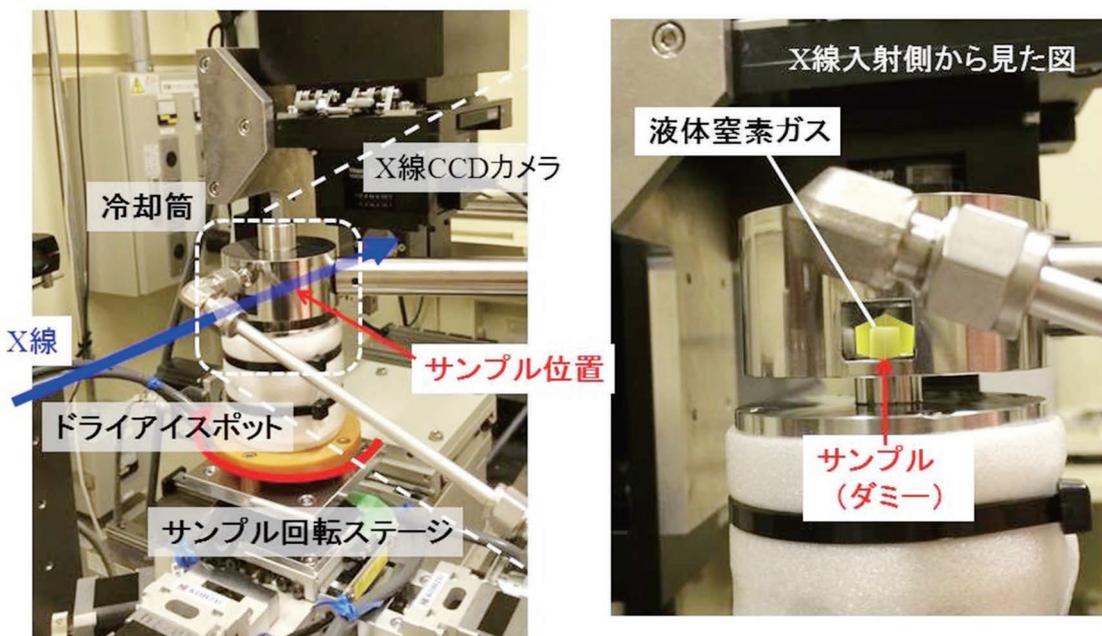


図1 X線CT装置用凍結試料冷却装置

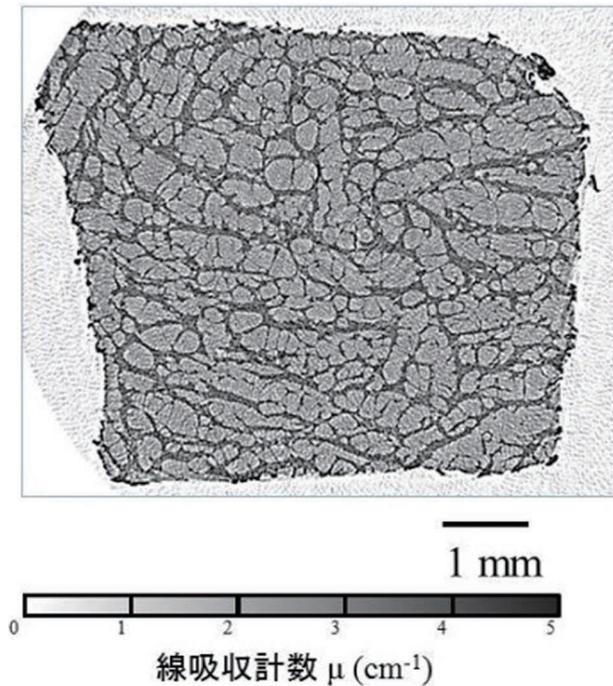


図2 冷凍マグロ中の氷組織のX線CT断層像

物性を支配される。よって、この高温反応のその場観察が可能になれば、物性を支配する結晶構造のプロセス依存性に関する知見から新たな機能性材料の開発指針が得られることが期待される。そこで2015年度は真空中で最大1500°Cまで加熱できる赤外線加熱装置を用いたその場X線回折測定システムを構築し、試料周りの環境整備に取り組んだ。

図3は、多軸X線回折装置に赤外線加熱装置を設置した写真である。BL19B2にある多軸回折計の試料ステージは耐荷重が小さく、加熱装置を試料ステージに直接固定することができない。そのため加熱装置は、耐荷重の大きい多軸回折計Zステージに固定された支柱に取り付けている。また、赤外線加熱装置を用いた場合の最高到達温度は加熱装置と試料の距離に大きく依存する。そのため、可能な限り試料と加熱装置の距離を近づけることができるように手動Zステージを搭載している。これら計測システムは試料周辺の制御機器とも組み合わせが可能であり、これまでに窒素ガス雰囲気金属材料を900°Cに加熱させ、金属酸化物を形成していく過程の結晶構造評価に成功している。

小角X線散乱装置

本装置では、2015年度、試料X線透過率測定機構の改造を行った。小角X線散乱測定では、試料からの散乱プロファイルからバックグラウンドプロファイルを差し引く際、試料のX線透過率の補正を行う必要がある。そのため測定時、このX線透過率も合わせて測定する必要がある。

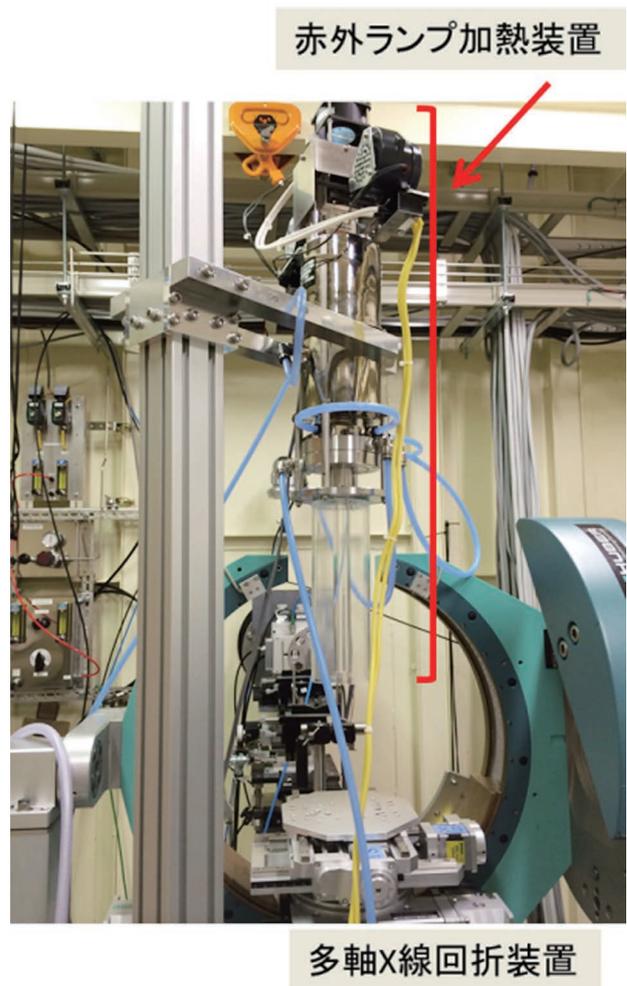


図3 多軸X線回折装置に取り付けられた赤外線加熱装置

ある。従来の本装置のレイアウトでは、測定前に試料と散乱プロファイル測定用の2次元検出器の間に透過X線強度測定用のイオンチャンバーを挿入し、透過率を測定する手順が必要であった。この操作に検出器の移動で約1分の時間がかかり、この時間ロスとは標準的な散乱プロファイル測定時間が5分程度の極小角X線散乱 (USAXS) では約20%、10秒～1分程度の小角X線散乱 (SAXS) では約100～600%相当となる。この時間ロスを削減するため、透過X線強度測定用のイオンチャンバーを常設するレイアウトに改造した。図4に改造後の試料ステージ周りの写真を示す。試料下流側の真空パス入口の前にイオンチャンバーが取り付けられており、設置したままでも散乱プロファイルの測定に影響がないレイアウトになっている。これにより散乱プロファイルを測定しながら同時に透過率測定も可能になったが、イオンチャンバーからの出力信号の計測方法について、従来の出力電流をカレントアンプにより増幅して変換した電圧信号をVFコンバーターによりパルス信号に変換してカウンターで計測する方法だと、長時間測定の場合カウンターが飽和

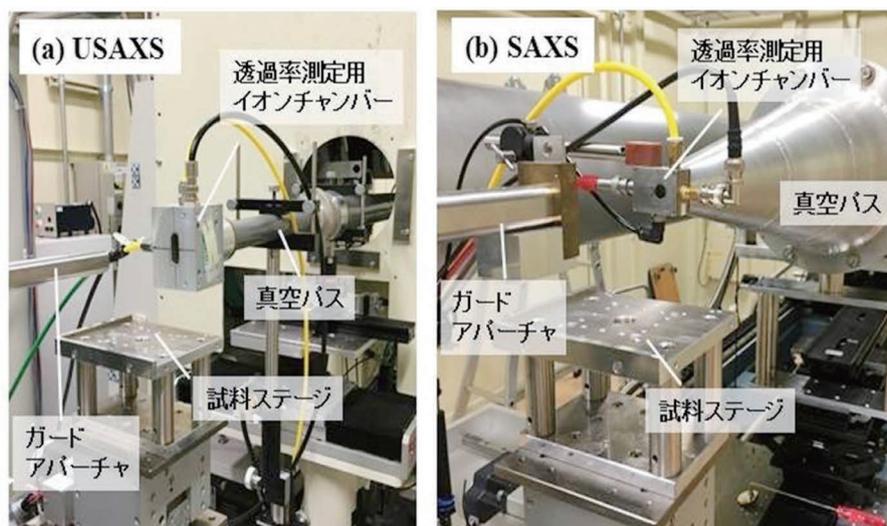


図4 USAXS (a)、及びSAXS (b) レイアウトにおける試料透過X線強度測定用イオンチャンバーの配置

してしまう問題がある。そこで計測方法をカレントアン
 プからの電圧信号を直接デジタルマルチメーターで計測
 する方法に変更し、同時透過率測定を可能にした。これ
 により、別途透過率を測定するための時間がなくな
 ったため、USAXSでは80%程度、SAXSでは50～15%
 程度まで測定時間を短縮化することができた。

産業利用推進室
 産業利用支援グループ
 佐藤 真直、渡辺 剛