

BL46XU 産業利用Ⅲ

1. 概要

BL46XUは産業界による放射光利用の促進を主な目的とする産業利用ビームラインであり、標準アンジュレータを光源とする高輝度X線を利用することができる。測定手法は第1実験ハッチにおいて多軸回折計を用いたX線回折・散乱、第2実験ハッチにおいて硬X線光電子分光(HAXPES)を提供している。2015年度BL46XUでは第1実験ハッチ下流側のオープンスペースを使用したマイクロビームX線回折の整備と、HAXPESにおいてスペクトルデータを公開するためのwebページの整備とスペクトルデータの読み出し機能を追加したHAXPESスペクトル専用の描画ソフトウェアを開発した。

2. 高度化の実施内容と成果

2-1 マイクロビームX線回折装置の整備

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。その利用ニーズの候補として加工油脂食品の油脂結晶組織評価がある。マヨネーズやショートニングのようなエマルション食材の安定性向上には、油脂結晶の粗大化の抑制など油脂結晶組織の制御が重要となる。その基礎的な知見を得るためのエマルション油滴中の局所結晶構造分布測定を行うためのマイクロビームX線回折装置を整備した。測定試料は油滴サイズ(数十 μm)程度の薄さになるようにフィルムに挟んで保持されたエマルション試料を、透過配置で試料ステージ上に設置された試料冷却加熱装置にセットした。散乱X線のプロフ

ファイルは試料から約50 cmの位置に設置された大型2次元検出器PILATUS 2Mを用いて測定した。試料と検出器の間には空気散乱によるバックグラウンドを抑制するための真空チャンバーを設置し、その中に直径3 mm ϕ のタングステン製ダイレクトビームストッパーを設置した。

また、試料の位置を確認し制御するために、試料上流側に試料観察用のX線同軸光学顕微鏡カメラを設置した。この顕微鏡カメラは蛋白結晶構造解析ビームラインで使用されているものと同じタイプのものを導入した。この装置を用いて測定したショートニング中の粗大油脂結晶の光学顕微鏡写真と、その照射位置によるX線回折パターンの違いから油脂結晶構造の局所分布を識別した事例を図1に示す。

2-2 HAXPESスペクトルデータの公開

HAXPESは軟X線を用いる光電子分光に比べて測定深度が深く、試料のより内部の電子状態を非破壊で調べることができるため、様々な材料・技術分野の試料の分析への応用が進んでいる。一方で基本的な元素や化合物のデータに関する報告事例が少なく、測定やデータ解析の際に参考となるデータベースが十分に無いという課題がある。このため、我々はこれまでにHAXPESのデータベースを構築して一般に公開することを目的としたスペクトルデータの収集を行ってきた。2015年度ではこれまでに取得したスペクトルデータを公開するためのwebページの整備とスペクトルデータの読み出し機能を追加したHAXPESスペクトル専用の描画ソフトウェアを開発した。

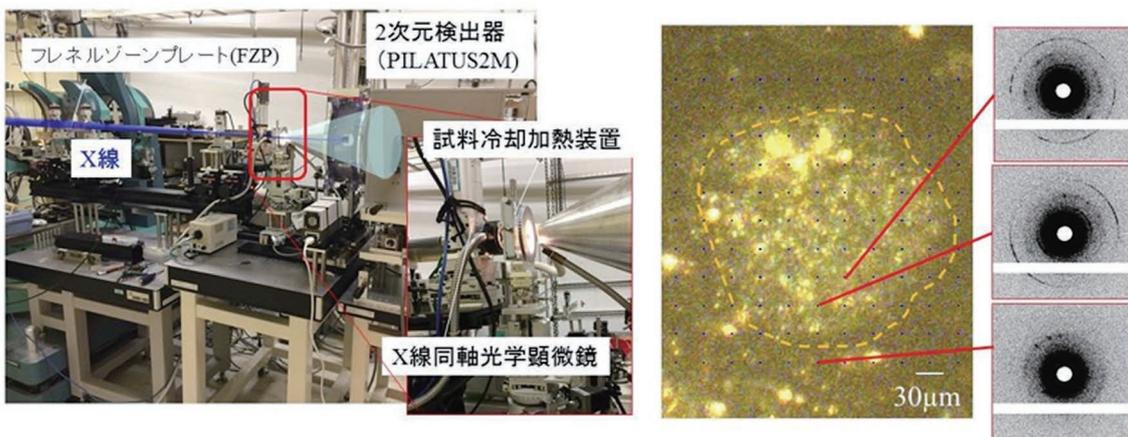


図1 マイクロビームX線回折装置のレイアウト(左)とショートニングの粗大油脂結晶中の回折パターン分布測定事例(右)

BL46XU HAXPES 標準試料データベースのwebページとスペクトルデータの一例を図2に示す。本webページは産業利用推進室のHP (http://support.spring8.or.jp/46haxpes_database.html) から閲覧できるようにした。基本的な収録内容は、pdfファイル形式で表示されるSurveyスペクトル、内殻準位スペクトル、価電子帯

スペクトルである。内容や表示方法等については今後利用者の反応を見て改善をしていく。また、現在のところは金属試料を中心とした一部のデータのみでの公開であるが、他元素、化合物についても準備が整い次第公開していく予定である。

Al Metal (Z=13)

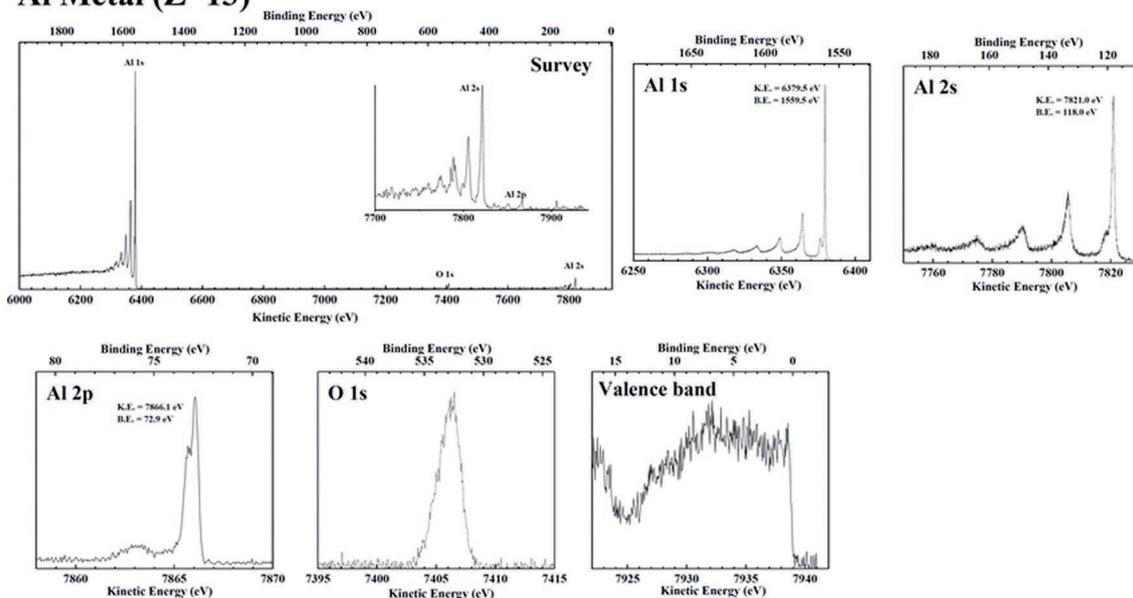


図2 BL46XU HAXPES 標準試料データベースのwebページと収録のスペクトルデータの一例

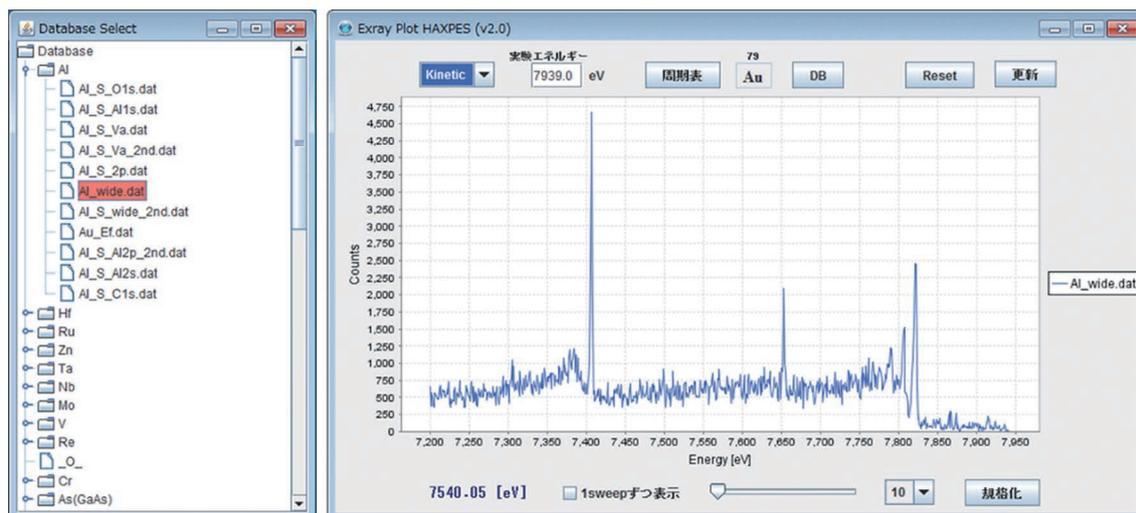


図3 HAXPES専用のスペクトル描画ソフト(スペクトル描画ウィンドウとスペクトルデータ選択ウィンドウ)

図3にはBL46XU HAXPES スペクトル描画ソフト Exray_plot_HAXPESの表示画面を示している。DB（データベース）ボタンから各元素、化合物における各準位が選択できるウィンドウが立ち上がり、簡便にスペクトルを読み出す事が可能である。実測した試料のスペクトルと重ね合わせることでピーク位置や結合状態の確認ができる。現在このソフトはSPring-8サイト内のみで使用が可能である。さらなるデータベースの拡充とともに外部からの使用方法について検討を進めて行く予定である。

産業利用推進室

産業利用支援グループ

安野 聡、小金澤 智之、梶原 堅太郎、佐藤 真直