

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、粉末回折装置および小角X線散乱装置といった複数の装置が設置されている。2016年度は、イメージング装置において、2015年度に開発した凍結試料X線CT測定用試料冷却装置の温度制御性改善および防霜対策を行って装置の操作性を向上させた。多軸X線回折装置においては、同一視野その場XRD・XAFS測定システムの開発を行った。小角X線散乱装置では、試料搬送ロボットの試料搭載部を改造し、ガラスキャピラリーに充填した試料を測定する際のユーザーの作業量を半減させた。以下に各装置の詳細を記す。

イメージング装置

BL19B2のイメージング装置では、食品分野の新規利用ニーズ開拓を目的として、冷凍食品の氷組織のX線CT観察技術の開発を行っている。主な技術的課題は試料を冷凍保持する技術であり、試料冷却装置（凍結試料X線CT測定用試料冷却装置）の開発に注力している。CT測定では試料を回転させることが必要であるため、本装置はX線が透過する窓を開けた筒（吹付筒）で試料を覆い、その中に液体窒素蒸気を通して約 -30°C 程度に維持することを実現している。この実験を効率的に行うため、

2016年度は以下の2項目の改良を行った。第一に吹付筒の防霜を目的として、液体窒素を吹き付ける内筒の外に二重の外筒を設け、外筒の内側にヒーターで室温程度の温度に制御した乾燥ガス（空気もしくは窒素）流すように改めた（図1(a)）。更に、試料温度の制御性を向上させるため、液体窒素蒸気の吹付量及び温度の制御が可能な液体窒素供給装置を導入（図1(b)）した。以上の改良により、冷凍食品を対象としたX線CT実験を安定的かつ効率的に実施することが可能となった。

多軸X線回折計装置

産業利用推進室では燃料電池材料分野をターゲットとし、新規利用者開拓のため潜在的なニーズ探索を行っている。その候補の一つとして、電気化学反応中の触媒材料の化学状態および結晶構造その場観察技術が挙げられる。燃料電池で使用される触媒の活性は、化学状態や結晶構造などに依存している。したがって同一視野でのその場XRD・XAFS測定を実現することで結晶構造と化学結合状態の同時評価が可能となり、触媒の活性や耐久性向上につながる詳細な知見の獲得が期待される。そこで2016年度は、同一視野によるその場XRD・XAFS測定のための計測システムの開発に取り組んだ。

図2は、多軸X線回折装置を用いたその場XRD・

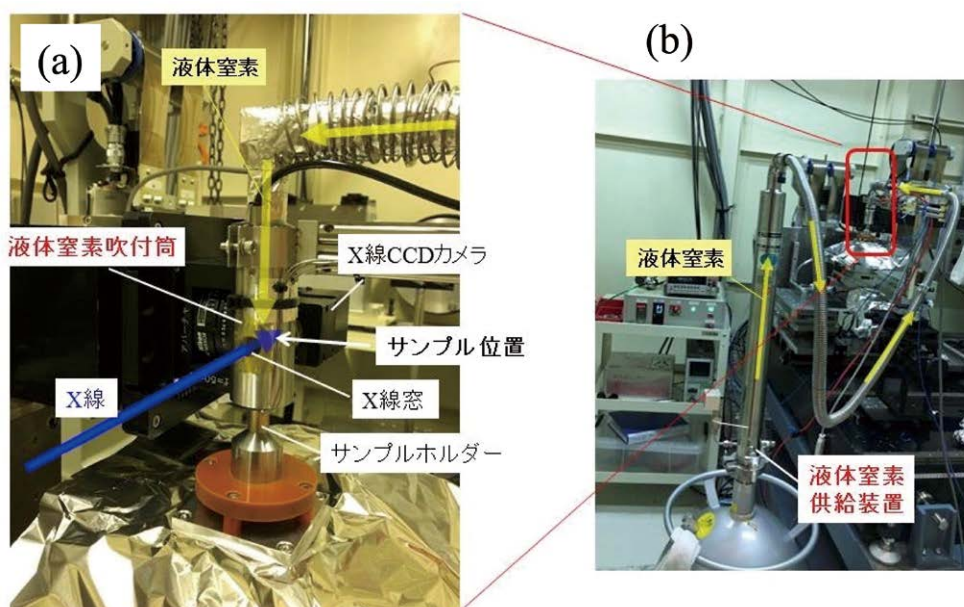


図1 改良型のX線CT装置用試料冷却装置。

(a) 液体窒素蒸気吹付筒を設置した試料回転ステージ周りの外観、(b) 液体窒素供給装置外観。

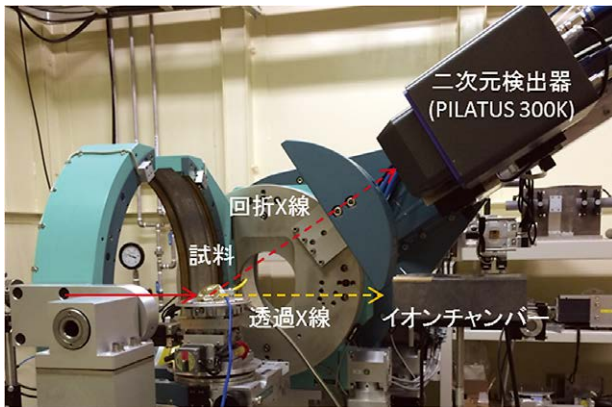


図2 その場XRD・XAFS測定システムの概略写真。

XAFS測定システムの概観写真を示す。試料を透過する直前と直後のX線強度を計測するため、多軸回折装置の上・下流部に電離箱を設置した。さらに、X線回折強度を取得するための二次元検出器を試料の下流側に設置した。これらの測定で得られたZn箔標準試料のXRDパターンおよびXAFSスペクトルを図3に示す。この例では、はじめにX線エネルギー9.5 keV、露光時間30秒の条件でXRDパターンを測定した後、ステップスキャン方式の分光器駆動でZn-K吸収端におけるXAFSスペクトルを測定している。このような実験装置配置を構築することによって、同一視野でのXRDパターンおよびXAFSスペクトルが取得可能となった。

小角X線散乱装置

BL19B2の小角X線散乱装置では、2012年度に開発した試料自動搬送ロボット (HummingBird、図4) を利用して、室温大気圧下の完全自動 (無人) 測定が実現している。このロボットは、板状・棒状など様々な試料形態にも対応可能であり、液体など流動性がある試料は、市販のガラスキャピラリー (長さ約80 mm) に充填して棒状試料として測定できる。ロボット本体は、30個の試料をマウントできる試料カセットを3個搭載する3段構造

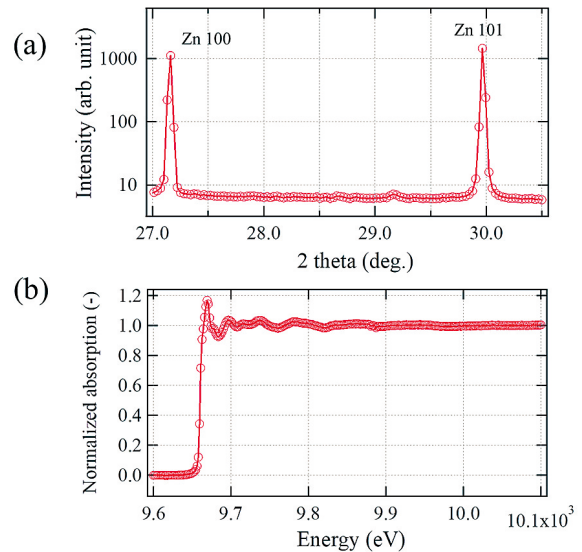


図3 Zn箔標準試料の(a)XRDパターンと(b)XAFSスペクトル。

(図4(a)の青の部分) になっているが、中および最下段に載せる試料には高さ70 mmまでの制限があった。そこで、中段のカセット搭載部を脱着可能な機構に改造することで、最下段の高さ制限を大幅に緩和することができた (図4(b)の赤の部分)。図4(c)は最下段にキャピラリーをマウントした状態を示している。この改造によって、従来の高さ制限 (青線) より高い試料も多数 (2段分) 搭載可能となり、試料交換回数を半減させ、一層効率よく測定ができるようになった。

産業利用推進室

産業利用支援グループ

大坂 恵一、渡辺 剛、佐藤 眞直

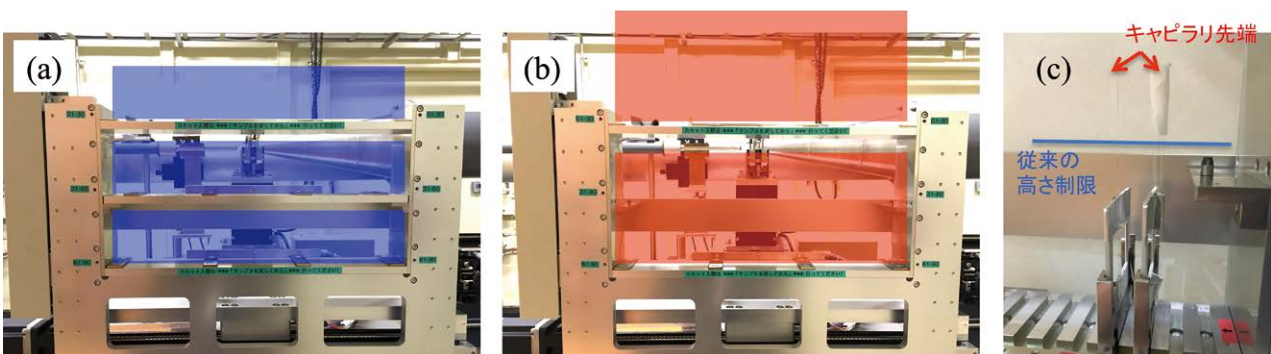


図4 試料カセット搭載部を改造した小角X線散乱測定用試料搬送ロボットHummingBird。(a)改造前 (青はカセット搭載部3段)、(b)脱着可能な構造に改造後 (赤はカセット搭載部2段)、(c)中段を取り外して最下段にマウントしたガラスキャピラリー。