

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X線回折・散乱とX線イメージング、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。2016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線回折装置における2次元検出器PILATUS 2Mの更新と、多軸X線回折装置において新規検出器軸の追加改造、および第2実験ハッチのHAXPES装置R4000に新規分析チャンバーおよびArイオンスパッタ銃とデュアルアノードX線源を導入した。

2. 高度化の実施内容と成果

2-1 マイクロビームX線回折装置における大型2次元ピクセル検出器更新

BL46XUでは近年、食品業界の加工油脂食品分野の新規利用ニーズ開拓を目的とし、マイクロビームX線回折装置の整備を行ってきた。本装置の目的は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おいて重要な、エマルション油滴中の油脂結晶組織制御の基礎知見を得るために、油滴中の結晶相分布評価を行うことにある。本装置はフレネルゾーンプレートを用いてマイクロビームを形成し、試料からのX



図1 更新により導入した大型2次元ピクセル検出器
PILATUS3 X 2M

線回折パターンの検出には大型2次元ピクセル検出器のPILATUS 2Mを用いた。試料位置制御の為に試料位置観察にX線同軸光学顕微鏡を導入するなど、測定技術の効率化を進めている。しかしながら、PILATUS 2Mが老朽化の為に、測定データの取り込みが測定中に中断するなど、制御が不安定になり、実験に支障をきたすようになってきた。このPILATUS 2Mの修理を検討したが、本装置はJASRIとスイスのPaul Scherrer Institut (PSI)とのPILATUS検出器の共同開発において製作された試作機で、現在PILATUSを取り扱っているDECTRIS社に修理を依頼するのは困難であること、さらに本機は現行のPILATUS3タイプよりも前の世代のPILATUS2タイプであるため、部品の確保が困難であることから修理を断念せざるを得ず、検出器をPILATUS3 X 2Mに更新した(図1参照)。PILATUS3 X 2Mは検出素子面積、ピクセルサイズは旧装置と同じであるが、リードアウトタイムがPILATUS2に比べて3.6 msから0.95 msに高速化と制御システムに検出器制御サーバーとは別にデータ保存用のストレージサーバーの装備により、時分割測定などの実験における大容量のデータにも対応になった。

2-2 多軸X線回折装置における新規検出器軸の追加改造

BL46XU第1実験ハッチ上流側にはHUBER社製多軸X線回折装置が設置されている。金属片などのバルク試料や、シリコン基板やガラス基板上に成膜された薄膜試料のX線回折・散乱測定、各種in-situ測定を実施している。本装置の軸の基本構成は、試料周辺4軸と検出器軸2軸の6軸回折計であり、検出器軸は水平面内と垂直面内の2方向に検出器を走査することができる。試料周辺にxyz軸や、検出器軸にアナライザー用 θ - 2θ 軸を追加することも可能である。この回折計は、検出器軸にスリットとシンチレーションカウンターなどの0次元検出器を取付け、検出器軸あるいは試料軸を走査することでX線回折・散乱プロファイルを得る装置である。しかし、近年MYTHENやPILATUSなどの優れた1次元及び2次元検出器が利用できるようになり、BL46XU多軸X線回折装置を利用する課題の半数以上が、MYTHENやPILATUSを用いる実験で、従来の0次元検出器と2次元検出器の両方を用いる実験もある。このような測定ニーズの変化に対応するため、1次元・2次元検出器専用の新規検出器軸を追加する改造を実施した。改造を実施した装置の写

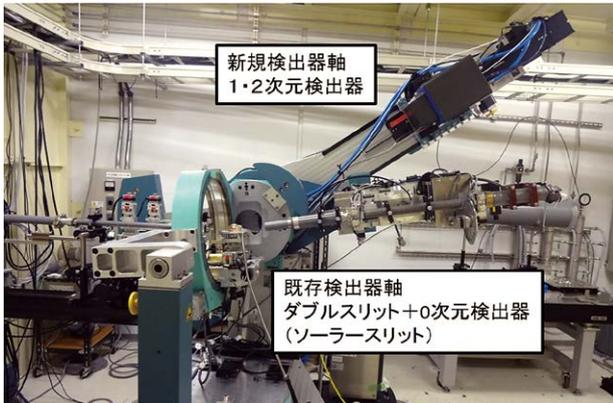


図2 新規検出器軸を追加改造した多軸X線回折装置

真を図2に示す。既存検出器軸にはこれまで通り2基の四象限スリット（ダブルスリット）、もしくはソーラーズリットと0次元検出器を設置し、追加した新規検出器軸には1次元検出器あるいは2次元検出器を設置し運用する。各軸は干渉しない範囲で独立に駆動することができ、新規検出器軸には1次元検出器あるいは2次元検出器を光軸方向に移動することができる自動ステージを設けている。この改造により課題となっていた検出器入れ替え作業が不要になり、大幅な効率化・省力化が実現でき、ユーザー実験の受入れ幅を拡大することが可能となった。

2-3 HAXPES R4000装置における新規分析チャンバーの導入

BL46XU第2実験ハッチに設置されている硬X線光電子分光(HAXPES)装置(VG Scienta R4000アナライザー)は、2016年度において、装置の機能拡張性を確保することを目的とした分析チャンバー及び各種機器についての更新を行った。図3に更新した装置の外観写真を示す。本更新における主な改良点は以下の通りである。

- (1) 試料に成膜や加熱等の前処理を行うために利用者が持参した前処理チャンバーから、前処理を行った試料を大気非暴露で分析チャンバー内に導入することを可能にするためのサブチャンバー機構を設けた。

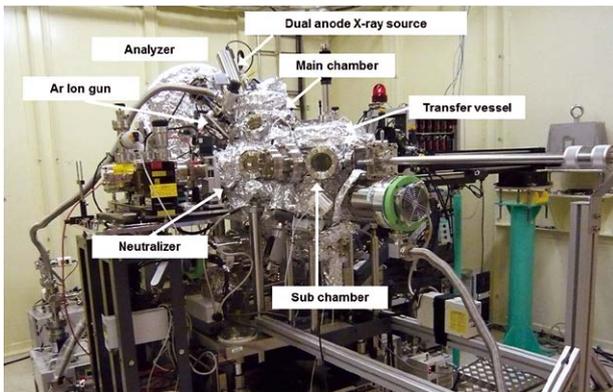


図3 HAXPES R4000装置の外観写真

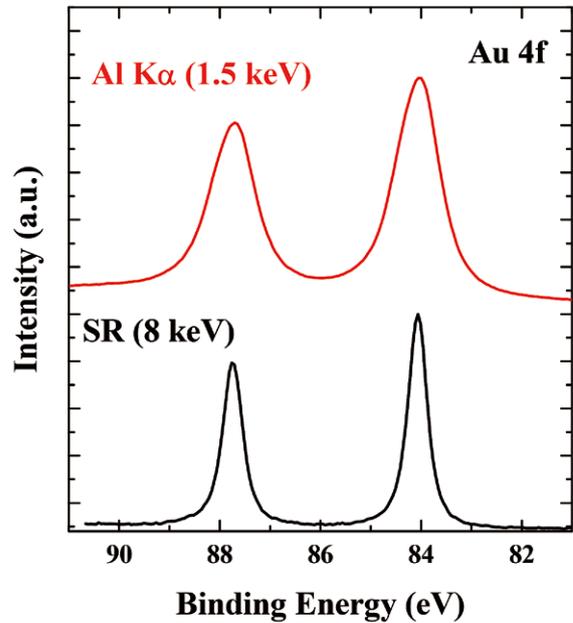


図4 リファレンス Au 試料の Au4f スペクトル

- (2) Arイオンスパッタ銃とデュアルアノードX線源を導入した。Arイオンスパッタ銃は、スパッタエッチングによって表面汚染層や表層除去を行う事を目的としており、既に実際のユーザー課題で使用され始めている。その他、低速イオンを使用する事で、特に絶縁性の高い試料の測定で問題となりやすい試料の帯電対策にも応用が可能であり、既設の中和用電子銃と同イオン銃を組み合わせたデュアル中和処理によって絶縁性の高い材料を含めた多様な試料の測定を可能にすることも見込んでいる。後者については、Al K α (1.5 keV) と Ag L α (3.0 keV) のデュアルアノードX線源を導入しており、これを用いた軟X線励起による表面敏感な光電子分光と、プローブ深さが深いことを特徴とするHAXPESを組み合わせた深さ方向における結合状態評価を可能にすることを目的としている。その他、オフラインでの装置調整やメンテナンスにも使用することができ、効率の良い装置運用と維持管理を行うことが可能となっている。図4にリファレンス Au 試料を放射光 (8 keV) と Al K α (1.5 keV) で測定した Au 4f スペクトルの結果を示す。Al K α は非単色化線源のため、放射光 8 keV (Si (111) DCM + Si(444) CCM) に比較して2倍程度のピーク半値幅となっている。また、様々なユーザーニーズに応えるため他のオプション機器の取り付けを可能にするため、予備ポートも増設した。

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