

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に、X線CT装置、多軸X線回折装置、粉末回折装置および小角X線散乱測定装置など、複数の実験技術を提供してきた。産業利用推進室では、これらの技術の運用を効率的に行うことで、ユーザーの利便性を向上させると同時に、産業界の様々な問題を解決する能力を高めることを目的として、実験技術の再配置を実施している。2017年度は、第1実験ハッチで実施されてきたX線CT実験をBL14B2に移設し、従来の粉末回折装置の後継装置となる「多目的ハイスループット回折計」を設置した。また、第2実験ハッチに設置された多軸X線回折計装置については、気液界面の構造評価を行うための、「X線打ち下ろし型すれすれ入射X線回折測定」の技術を開発した。以下に両装置の詳細について報告する。

多目的ハイスループット回折計

BL19B2の粉末回折実験は、第2実験ハッチに設置された大型デバイセラーカメラを用いて実施されてきた。この装置はイメージングプレート（IP）を検出器としているが、オフラインのIP読み取り装置が老朽化するなどの問題を抱えており、新型装置への更新が急務であった。そこで、半導体検出器を採用した「多目的ハイスループット回折計」（図1、以下、新回折計）の開発

に着手し、2014年度よりBL14B2にて装置調整を行ってきた。同装置の本格的な運用に向けて2017年夏期運転停止期間中にBL19B2第1実験ハッチに移設し、2018年1月より試験的にユーザー供用を開始した（測定代行1課題を含む2課題を実施）。

新回折計は、粉末回折に限らず、その名の通り「多目的」な装置であり、様々な応用用途への展開を考慮して設計されている。特に、検出器が回転して方向を変える機構（図1（b））は、他の施設にも見られない独特な機構であるが、2017年度は、ハイスループット粉末回折装置としての整備を優先的に行った。試料の配置は従来の装置と同じくデバイセラー配置であり、スイスPSIで開発されたフォトンカウンティング型1次元半導体検出器MYTHENを、カメラ半径573 mmの同心円弧に沿って12モジュール並べた構造になっている（注2）。各モジュール間には1 mm（回折角 2θ では 0.1° に相当）の隙間があるため（図1（c））、異なる 2θ 位置で2段階露光することで、連続した粉末回折プロファイルが得られる。試料搬送ロボット（図2）および自動センタリング機構も新規導入しており、オンライン検出器と組み合わせることで、最大100試料の測定が全自動で行われ、大幅な省力化が実現している。試料ホルダは従来の仕様を踏襲しているため、大型デバイセラーカメラを利用してきたユーザーも新回折計にスムーズに移行できる。

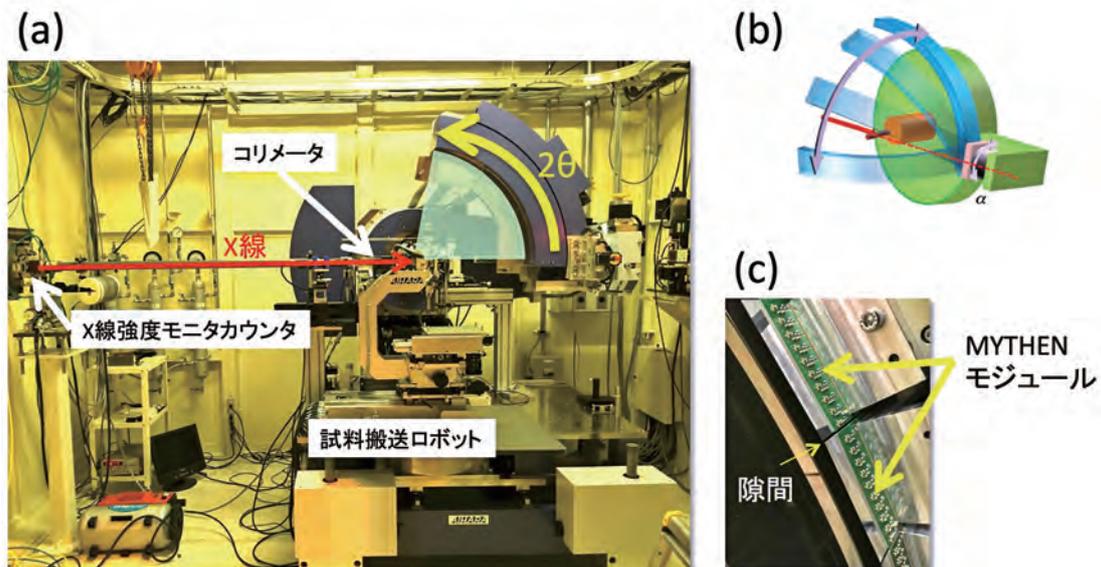
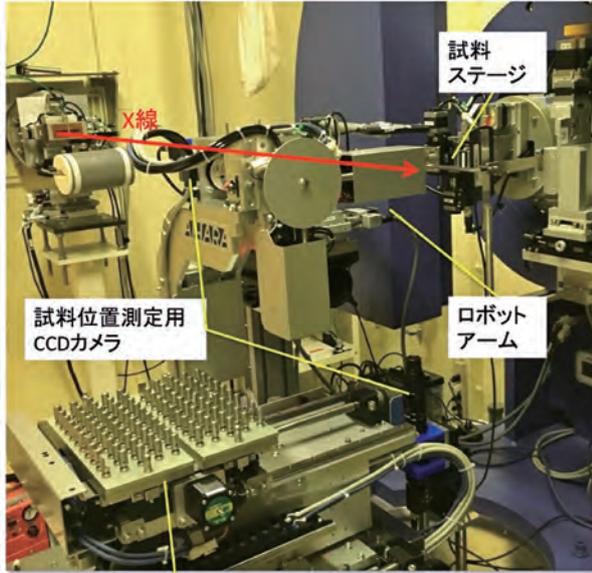


図1 第1実験ハッチに設置された多目的ハイスループット回折計
(a) 全体像、(b) MYTHEN検出器モジュールとその隙間、(c) 検出器回転機構の模式図



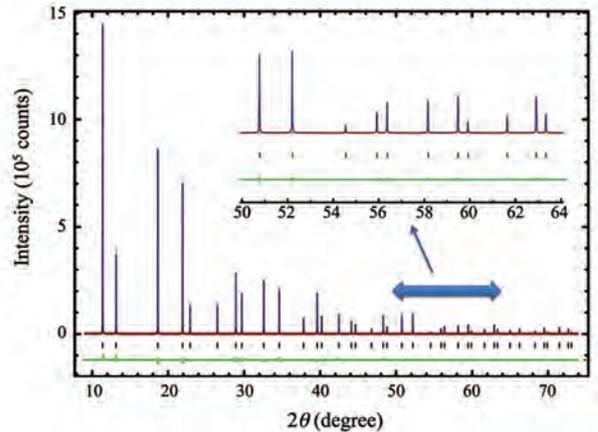
試料ホルダ(100個搭載可能)

図2 多目的ハイスループット回折計の粉末回折用試料搬送ロボット

図3は、X線エネルギー20 keVで測定したCeO₂標準試料の粉末回折プロファイルとそのリートベルト解析の結果である ($R_{wp}=4.6\%$, $R_1=1.5\%$)。露光時間は2分であるが、十分に高い統計のデータが得られている。なお、本装置のBL19B2の移設に伴って、X線イメージング装置はBL14B2に移設した。

多軸X線回折装置

第2実験ハッチに設置されている多軸X線回折装置では、これまでに多様な薄膜の結晶構造が評価されている。さらに最近では、気液界面に形成される有機薄膜の結晶構造をすれすれ入射X線回折 (GIXD) 測定で評価

図3 CeO₂標準試料の粉末回折プロファイルおよびリートベルト解析結果

したいという要望が寄せられていた。しかし液体表面に形成された薄膜でGIXD測定を行う場合には、試料を傾けることで入射角を制御することができない。そのために、現状のBL19B2の測定システムではこの要望に応えることができなかった。そこで2017年度は、X線打ち下ろし型のGIXD測定システムの開発に取り組んだ。

図4に、X線打ち下ろし型GIXD測定システムの概略を示す。この測定システムでは、入射X線強度モニタ用のイオンチャンバーの下流にGe単結晶ミラーを新たに設置し、単色X線がGe単結晶ミラーに入射する角度 (θ_1) を制御することで、気液界面に入射する角度 (θ_2) を制御する仕様となっている。実験では、 θ_2 と液面での反射率の θ_1 依存性を事前に調べ、GIXD測定に用いる θ_2 を決定している。2017年度はGe単結晶ミラーの導入に加えて、自動スイベルステージと自動Zステージを導入することで θ_1 および θ_2 を精密にかつ遠隔で

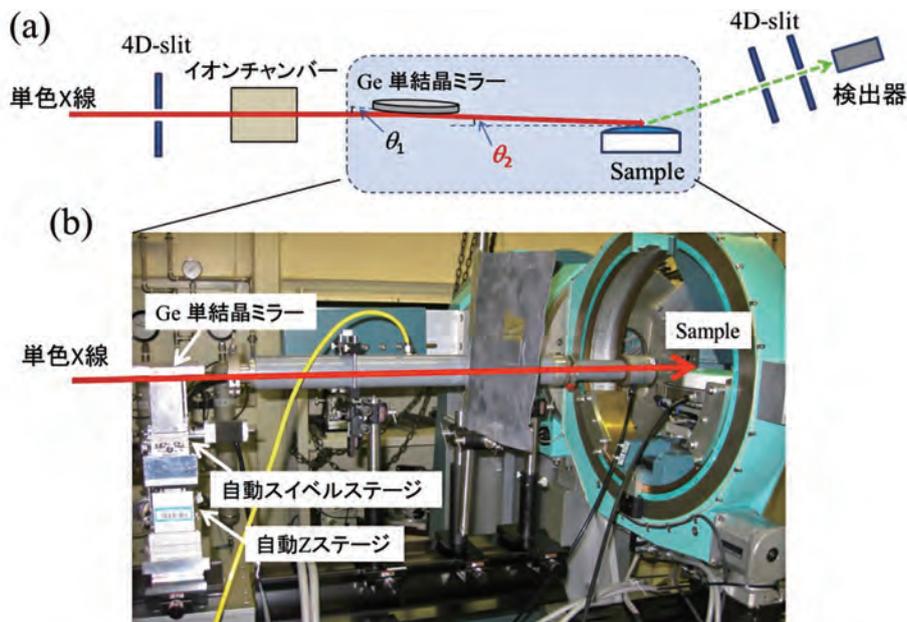


図4 X線打ち下ろし型GIXD測定システムの (a) 概略図と (b) 概観写真

制御可能とした。これらの整備によってBL19B2では、GIXD測定で気液界面に形成された有機薄膜の結晶構造を検討することが可能となった。2017年度は、1件のユーザーに利用いただいた。

JASRI 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 真直