

BL19B2（産業利用 I）の現状（2014）

Present Status of BL19B2 (2014)

梶原 堅太郎、小金澤 智之、大坂 恵一、佐藤 眞直

Kentaro Kajiwara, Tomoyuki Koganezawa, Keiichi Osaka, Masugu Sato

（公財）高輝度光科学研究センター・産業利用推進室・産業利用支援グループ

Industrial User Support Group, Industrial Application Division, JASRI

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、多軸回折計装置、粉末回折装置及び小角散乱装置といった複数の装置が設置されている。イメージング装置では測定時間短縮のために測定方法を改良し、多軸回折計では信号強度増加のために小角散乱用に導入したシリンドリカルミラーを本装置にも適用した。粉末回折装置では測定代行用の試料を安全に運搬するために搬送バッグを整備し、小角散乱装置では散乱強度が微弱な試料でも評価できるようにバックグラウンド強度を低減した。

キーワード：産業利用、イメージング、回折、小角散乱

I. 基本性能と実験装置

（詳細は、

http://www.spring8.or.jp/wkg/BL19B2/instrument/lang/INS-0000000464/instrument_summary_view
を参照)

本ビームラインは産業界による放射光利用の拡大を主な目的とした汎用的な偏向電磁石ビームラインである。本ビームラインの実験ハッチは、光学ハッチに隣接した第 1 実験ハッチと両ハッチと分離して下流側に設置されている第 2 実験ハッチ、そして蓄積リング附属施設 W 棟内に第 3 実験ハッチが設置されている。第 1 実験ハッチは光源から 51 m 下流に位置し、ハッチのサイズは 4.0 m(ビーム方向) × 3.0 m(W) × 3.3 m(H)である。第 2 実験ハッチは 77 m 下流に位置し、そのサイズは 5.0 m(ビーム方向) × 4.0 m(W) × 3.3 m(H)である。第 3 実験ハッチは 111 m 下流に位置し、そのサイズは 8.0 m(ビーム方向) × 4.0 m(W) × 3.3 m(H)である。第 1 実験ハッチにはイメージング装置が、第 2 実験ハッチには多軸回折計と大型デバイセラーカメラがそれぞれ設置されている。第 3 実験ハッチには極小角散乱の 2 次元検出器が設置されている。以下、それぞれの実験装置ごとに実施した高度化開発の状況を報告する。

エネルギー領域	5 - 72 keV
ビームの水平方向の発散	1.4 mrad
光子量	$\sim 10^{10}$ photon/s (ビームサイズ 5.0 mm(H) × 1.0 mm(V))
エネルギー分解能	$\Delta E/E \sim 10^{-4}$
高調波除去率	$\sim 10^{-4}$

図 1 に、ビームラインのレイアウトを示す。

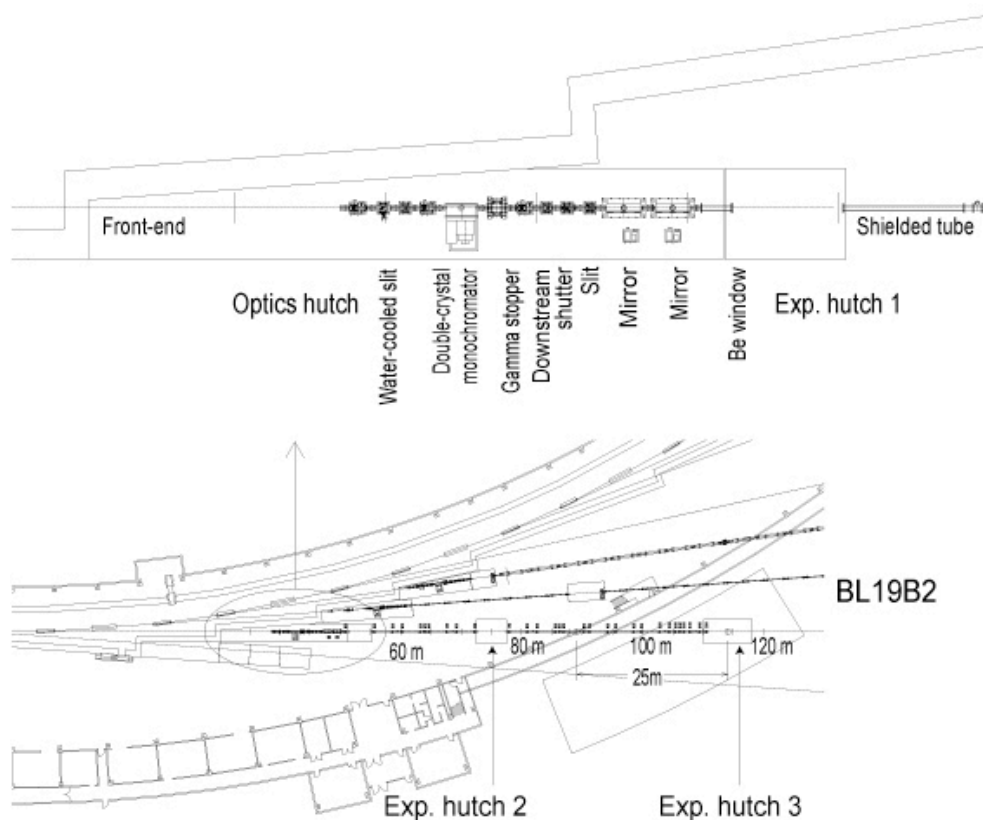


図 1 ビームラインレイアウト

II. 高度化の実施内容と成果

II-I. イメージング装置

BL19B2 の従来の CT 測定の手順は、試料を僅かに回転させた後に試料の透過像を測定・保存することを繰り返して行っており、回転ステージの始動、停止に時間を要していた。CT 測定の高速度化のために、試料の回転を逐次停止させずに、連続で回転させながら試料の透過像を測定する制御プログラムを作成した。試料の回転速度は回転中心から最も遠い画素で測定される試料中の部位が、露光時間中に 1 画素だけ回転する速度となるように

回転速度 $[\text{rad/s}] = 2 / (\text{横方向の画素数} \times \text{露光時間})$
 を目安とした。

回転ステージは台形駆動をするため（図 2 参照）、一定の回転速度になるまで、画像の測定開始を遅らせ、また、その間に回転する角度分だけあらかじめ逆方向に回転させることにした。測定を遅らせる時間は、回転速度に依存し、1.2 度/秒の場合は 0.15 秒である。

試料回転中に得られる全ての画像ファイルは、浜松ホトニクス製のカメラ制御ソフトウェア Hipic を使い、一つのファイル（HIS 形式）に追記する方法で保存した。このファイルは一般的な形式でないため、個別の画像ファイルに展開する ImageJ のプラグインを作成した。同時に、このプラグインでは画像取得時の試料角度をテキストファイルに書き出すことができる。この角度情報は、HIS ファイルに記録された画像取得時のタイムスタンプと回転速度から算出した値である。この測定方法により、従来は 40 分かかった測定が 7 分で完了する事例も現れ、測定時間が大幅短縮できた。

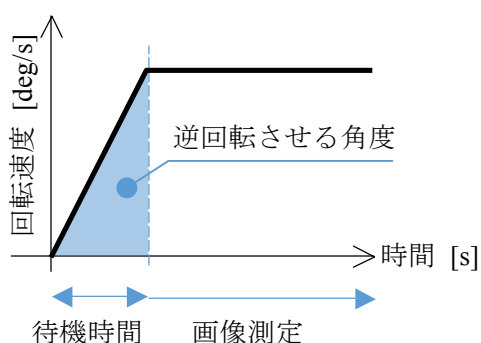


図 2 回転ステージの台形駆動

II-II. 多軸回折計

2012 年度に小角散乱装置の入射 X 線フラックスの向上を狙って水平集光用のシリンドリカルミラー（第 2 ミラー）を導入した。2013 年度はこのミラーを応用して第 2 実験ハッチに設置されている多軸回折計を用いた測定での能率向上を目指し、シリンドリカルミラーの集光条件の検討を行った。

シリンドリカルミラー導入前の水平方向のビームサイズは多軸回折計の試料位置で約 6.0 mm であり、角度分解能の向上・バックグラウンドの低減を目的に 4 象限スリットやコリメータでビームを成形し、水平方向ビームサイズ 1.0 mm で実験をしていた。シリンドリカルミラーを導入し集光条件の検討を行った結果、水平方向のビームサイズが約 0.3 mm まで集光された。図 3 に標準試料 LaB_6 粉末の回折プロファイル（110 反射）を示す。X 線エネルギーは 12.398 keV であった。水平集光ミラーを導入することで信号強度が約 6 倍に向上することが確認できた。

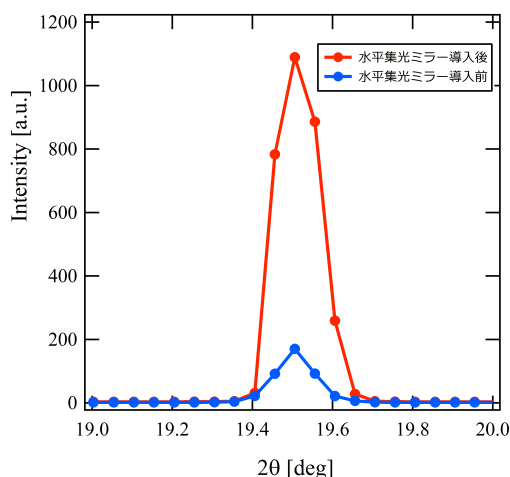


図 3 水平集光ミラー導入前後の LaB_6 粉末の回折プロファイル

II-III. 粉末回折装置

BL19B2 第 2 実験ハッチに設置されている粉末回折装置（大型デバイシェラーカメラ）および「全自動試料交換・測定システム（JukeBox）」では、施設留保ビームタイムの一部を利用して「測定代行」を実施している。粉末回折測定代行では、実施課題のうち約 3 分の 2 が、ユーザーは実験に立ち会わずに測定試料を郵送する形式で実施されている。試料郵送の際、試料を安全にビームラインまで運ぶために、専用の搬送キャリアを作製した（図 4）。このキャリアは、5 試料装填可能なトレイ、およびトレイを 6 個収納できるバッグからなる（すなわち、最大収納数：30 個）。試料が少数の場合は、トレイのみでも使用可能である。測定試料は試料ホルダに固定した状態で装填する。このキャリアを利用することで、ガラスキャピラリに粉末を充填した壊れやすい試料でも、郵送から搬送、測定、返却までの一連の取り扱いが破損の心配なく行えるようになった。



図 4 測定代行専用の試料搬送キャリア

II-IV. X 線小角散乱

極小角 X 線散乱（USAXS）による界面活性剤の会合構造や金属材料中の析出物など小角散乱（SAXS）の信号強度が微弱な試料の測定で、バックグラウンド（BG）の低減が求められていた。この BG 低減のための装置レイアウト改造を検討するために、USAXS 測定における BG 源の調査を行った。実験条件は X 線エネルギー 18 keV、カメラ長 42 m である。実験ハッチにおける BG 源として予想されるのは、①真空パスの窓材からの散乱、②試料周辺、および、真空パスの隙間の空気からの散乱が挙げられる。最初に第 1 実験ハッチ（第 1 ハッチ）から第 3 実験ハッチ（第 3 ハッチ）までの装置レイアウトのどこからの散乱の寄与が大きいのか、図 5 (a) に示したレイアウト中のカプトン製の真空パスの窓材が設けられている各箇所に 125 μm 厚のカプトンフィルムを透過配置で設置し、その散乱の BG プロファイル（試料なしの散乱データ）に対する影響を検討した。その結果を図 5 (b) に示す。第 1 実験ハッチ、第 3 実験ハッチに設置した条件ではその影響はほとんどなく、第 2 実験ハッチ（第 2 ハッチ）に設置した際の影響が顕著であることから、BG

源が主に第2 実験ハッチの真空パスの窓材からの散乱に起因することが分かった。次に窓材の変更による BG 低減効果を検討するため、現状の窓材のカプトンフィルム、ビームラインの輸送系に標準的に用いられている Be 窓と、SAXS 領域での散乱が弱いとされているスペリオ UT (三菱樹脂製) の USAXS プロファイルと比較した。カプトンフィルム、スペリオ UT とともに厚さは 100 μm である。図 6 に BG を差し引いた各窓材の散乱プロファイルを示す。なお、スペリオ UT は、測定試料からの散乱が測定系の BG よりも弱いために低波数領域を中心にデータの欠落が生じた。以上のように、スペリオ UT からの散乱はカプトンフィルム、Be 窓より 2 桁程度低いことが明らかになり、第2 実験ハッチのカプトン製の真空パス窓材をスペリオ UT に変更して、BG を従来の半分以下に低減できた。

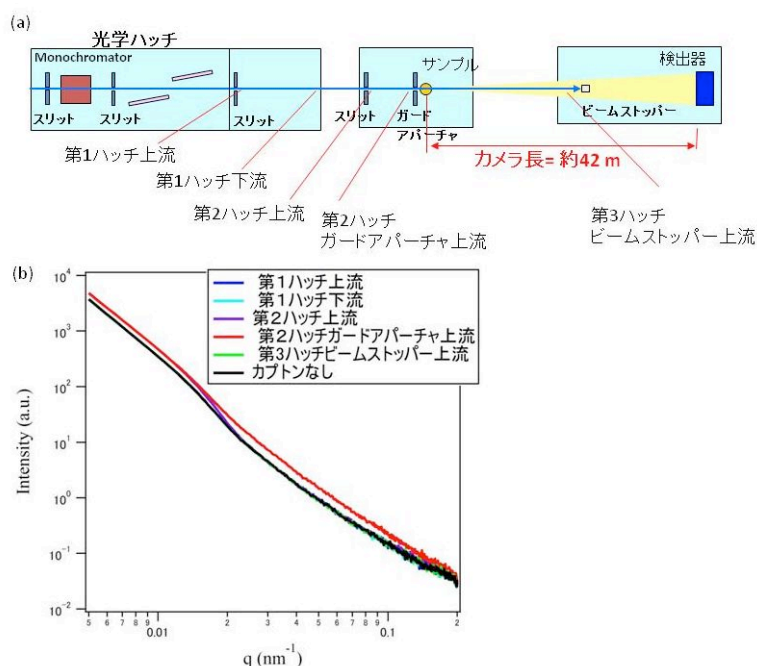


図5 125 μm 厚カプトンフィルムの散乱による BG 発生個所検討の結果。(a) カプトンフィルム設置場所、(b) カプトンフィルムの散乱による USAXS の BG プロファイルへの影響。

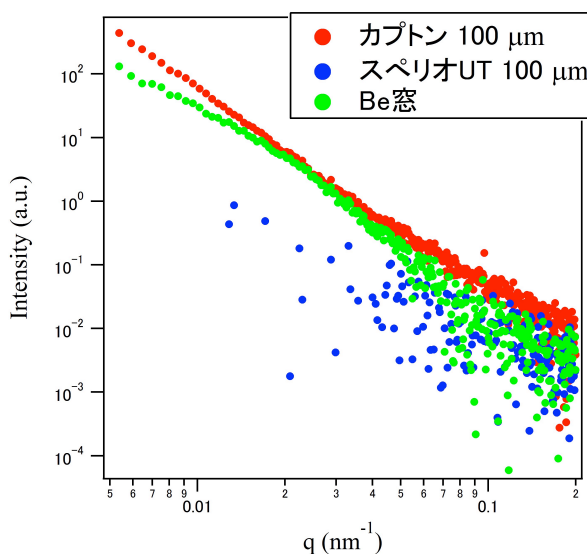


図6 各種窓材 (カプトン、スペリオ UT、Be 窓) の USAXS プロファイル

©JASRI

(Received: December 9, 2014; Accepted: January 16, 2015; Published: February 10, 2015)