

BL19B2 産業利用 I

BL19B2ではX線回折・散乱及びX線イメージングの実験を通じて産業分野の研究開発に資することを目的に、利用支援と機器開発を行っている。産業分野の多様な実験に能率よく対応するため、BL19B2では、X線イメージング実験を第1実験ハッチ、粉末X線回折と多軸回折計実験を第2実験ハッチ、さらに極小角X線散乱実験を第2実験ハッチと第3実験ハッチ両方を用いて行っている。それぞれの実験技術の主だった活動を以下に示す。

1. イメージング CT装置の回転軸の傾き自動調整

CT測定装置への切り替え時及び構成変更時の作業の効率化を目的として、回転軸の傾き調整を自動化した。CT測定装置の回転軸は図1に示すように入射X線の垂線と回転軸とがなす角 α_1 と検出器の画素の縦の並びと回転軸の投影像とがなす角度 α_2 の2方向の傾きの調整が必要である。いずれの角度も、ゼロに近いほどよく、理想的には $1/N_p$ rad (N_p 回転軸と垂直方向の画素数)以下の角度にすることが望ましい。これまで、傾き調整は調整治具のX線像の傾きを人の目で判断して行っていたため、30～60分を要する上、作業者の負担も大きかった。図2に示す円盤状の治具と自動化プログラムにより、調整時間は10分に短縮され、更にスタッフの作業は治具の取り付けのみと負担を大幅に軽減することができた。また、実験中にカメラ構成を変えたい場合でも、ユーザーが調整まで含めた作業を実施できるようになったため、スタッフの負担を更に軽減することができた。

2. 粉末X線回折 装置操作インターフェースの強化

BL19B2第2ハッチに設置されている粉末回折装置（大

型デバイシェラカメラ）では、「全自動試料交換・測定システム（JukeBox）」のユーザビリティを最大限に利用した「測定代行サービス」の運用が2010年度から本格的に始まった。2010年度は測定代行課題として27課題を実施し、本格的な運用初年度にもかかわらず、BL19B2で実施された粉末回折実験課題の4割近くを占めた。また、27課題のうち6割は2時間利用であることから、粉末回折実験に関しては「短時間利用」のニーズが非常に高いことがうかがえる。このように、測定代行は放射光粉末回折の利用方法として中心的役割を果たしていくと考えており、2011年度からは、温度変化実験についても測定代行で対応し、通常の利用者実験と同様の実験が可能になる予定である。実験環境の改良の一環としては、装置操作インターフェースの強化を推進した。具体的には、従来のコマンド入力型制御（SPEC）と独自に開発したGUIプログラムを融合させることによって、マウス操作のみでほぼすべての装置制御を行えるようにした。この改良によりコマンド式制御に付きものである誤入力の防止と実験条件変更、あるいは他装置からの装置切操作に伴う作業を簡素化・自動化を実現した。この結果、前述の測定代行のような小刻みなビームタイム運用にも対応可能となっている。

一方、医薬品を代表とする有機物粉末試料の水和物相転移は、その安定性・溶解有効性等の変化を伴う重大注目事項であり、その制御を物理化学的視点で行うことが求められている。測定代行での観測可能な加熱による脱水過程解析のみならず、外湿度依存によるものも報告されてきていることから、連続的な湿度制御下での水和物相転移解析環境の整備を進めてきた。湿度制御装置（HUM-1、リガク社製）と窒素ガス発生装置（コフロック社製）との組み合わせ

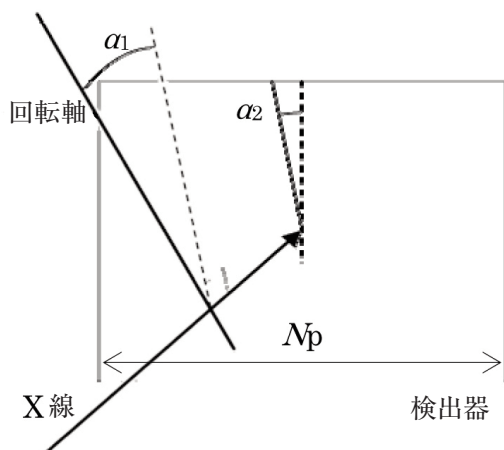


図1 CT装置の回転軸の傾き

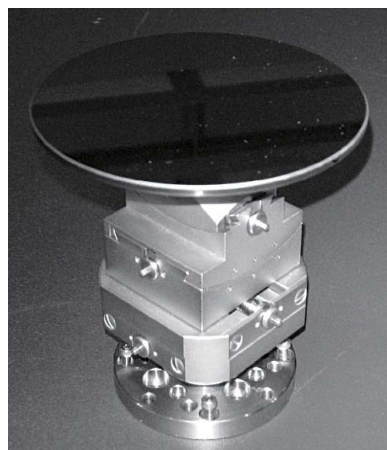


図2 回転軸傾き調整用治具

わせにより、室温下相対湿度 (rh) を0~95%rh範囲内で $\pm 0.1\%$ 精度の制御可能となり、グアノシン2水和物を用いて、20%rhから0%rhへの脱水過程に引き続き55%rhまでの加湿過程の観測にて、無水物及び3種類の間状態を観測できることを確認した。

3. 多軸回折計 薄膜試料加熱装置の導入

第2ハッチ上流側にはHUBER社製多軸回折計が設置されている。2010年度に実施した課題は、有機エレクトロニクスデバイスに向けた機能性有機薄膜の微小角入射X線散乱/回折測定・X線反射率測定、金属材料のX線回折測定・応力測定、SiやSiC基板のトポグラフィ測定、コンクリート材料のX線回折測定で大部分を占めている。有機薄膜分野では岩手大学のグループが有機半導体材料の真空蒸着初期過程のリアルタイム観察で、応用物理学会の講演奨励賞を受賞した。

2009年度から引き続き、in-situ測定環境の整備を行い、2010年度はユーザーからの要望が多かった薄膜材料をターゲットとした試料加熱装置の新規導入・立上げを実施した。図3は新規導入した薄膜試料加熱装置であるAnton Paar社製DHS1100である。この薄膜加熱装置では、希ガスもしくは低真空中において室温から1100℃まで試料を加熱することができる。装置は軽量(約500 g)・小型(直径128 mm)・空冷であり、種々の装置と組み合わせが可能である。半球型のドーム(グラファイトもしくはカプトン)を用いており、死角を気にすることなく実験が可能である。検出器にはシンチレーションカウンター、PILATUS 100K、PILATUS 2Mを選択することができる。温度制御は、多軸回折計を制御しているSPECから外部制御することができ、マクロを作成することで複雑な温度制御と測定を組み合わせることが可能であり、ユーザーフレンドリーな測定環境が整備されている。

2010年度は、有機・高分子薄膜の7課題、金属材料の2課

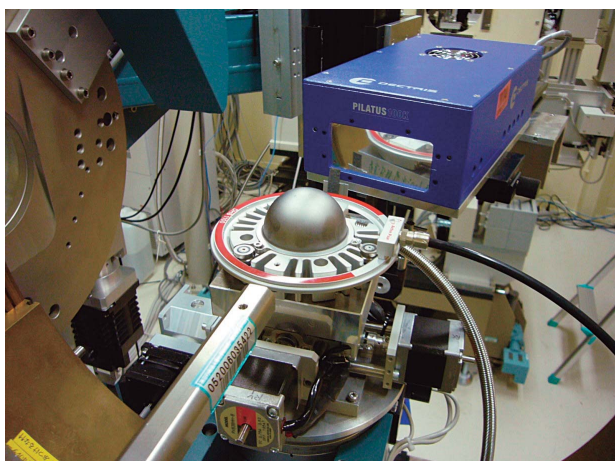


図3 新規導入した薄膜試料加熱装置

題においてユーザー利用に供することができた。

4. X線小角散乱

BL19B2では中尺ビームラインであるその長いビームライン構成を利用することでカメラ長約40 mの極小角X線散乱 (USAXS) 装置を構成することが可能である。試料は第2ハッチの多軸回折装置の試料ステージにセットし、第3ハッチに2次元検出器とビームストッパを設置して、第2ハッチと第3ハッチをつなぐ輸送管をカメラに用いる。入射X線エネルギーは18~30 keVを用いており、測定可能なデータの波数領域は $q = 0.005 \sim 0.2 \text{ nm}^{-1}$ 程度の極低波数域で、約数100 nm程度の構造体の評価が可能である。検出器には大検出面積 ($253.7 \text{ mm} \times 288.8 \text{ mm}$) を持つ2次元ピクセル検出器PILATUS-2Mを使用している。2009年度からUSAXS第3ハッチ内でカメラ長1~3 m程度の通常の小角X線散乱 (n-SAXS) 測定を併用するユーザー実験の運用を開始し、 $q = 0.005 \sim 2 \text{ nm}^{-1}$ と広範囲の波数領域の測定が可能になった。2010年度は、n-SAXSの運用により増加したUSAXSデータの高波数域のバックグラウンドノイズの低減に取り組み、ダイレクトビームストッパーの位置を従来の検出器直前 (図4 case1) から第3ハッチ輸送管出口直下 (図4 case2) に移動させることで高波数域のバックグラウンドをそれまでの1/100にまで低減することができた。

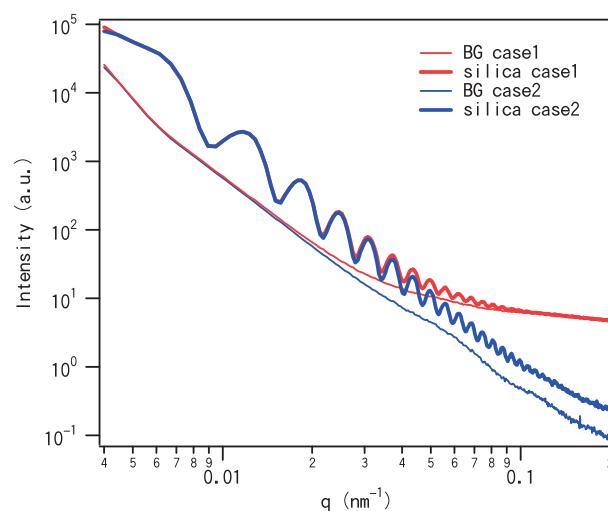


図4 ダイレクトビームストッパー位置による標準試料(シリカ微粒子: 粒径1 μm) 及びバックグラウンドノイズの散乱プロファイルの比較。

産業利用推進室

梶原 堅太郎、小金澤 智之
三浦 圭子、佐藤 真直
大坂 恵一、松本 拓也