

## BL28B2 白色X線回折

本ビームラインでは、異なった研究分野において異なった手法を用いて多種の実験が行われている。これらの実験の高度化を念頭に置いて光学ハッチ2における光学系と諸機器の配置変更が行われた。この結果、医学利用研究における血管造影において広視野撮影への可能性が開かれ、DXAFS実験においては集光やフラックスが改善されている。利用実験としては、従来どおり血管造影、マイクロビーム治療研究、DXAFS測定、高温高压実験、高エネルギー白色X線による回折とイメージング実験が行われた。

### 1. 光学ハッチ2の改造

BL28B2では、実験内容の高度化に伴い平成17年度から、ハッチ内の光学機器や定盤の改造を進めている。図1の右図に示すように従来は光学ハッチ2において、上流から

Attenuator Unit、Water Filter、Fast Shutter、Diffractometer (前置光学系) が大型鉄枠架台の上に配置され、続いて独立した構造のDiffractometer (回折計) が設置されている。平成17年度では、大型鉄枠の上に配置された部分を、1200mm×1500mmの2台の定盤に分けて配置する改造を行った。上流側の1台にはAttenuator Unitを載せ、下流側の1台は図2に示す構造でありDiffractometer (前置光学系 (07)) を載せている。なお、Water FilterやFast Shutterは使用時のみ定盤に載せるようにした。

図2の前置光学系 (07) は $\omega$ -2 $\theta$ 垂直回転軸があり、主に1結晶分光器として使っており、医学利用研究では33.2keVの単色X線により血管造影の実験に用いている。前置光学系の部分はヘリウムチャンバー内にあり、分光結晶は常にヘリウムガスの中にある。図2で、前置光学系の

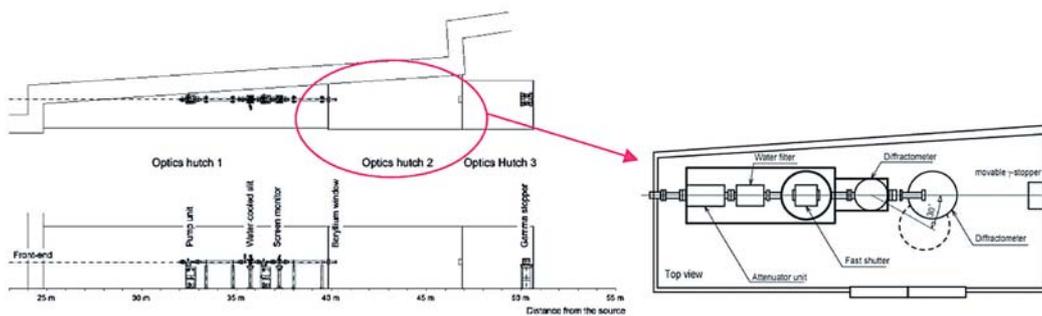


図1 ビームライン (左) と光学ハッチ2 (右) の改造前の装置構成

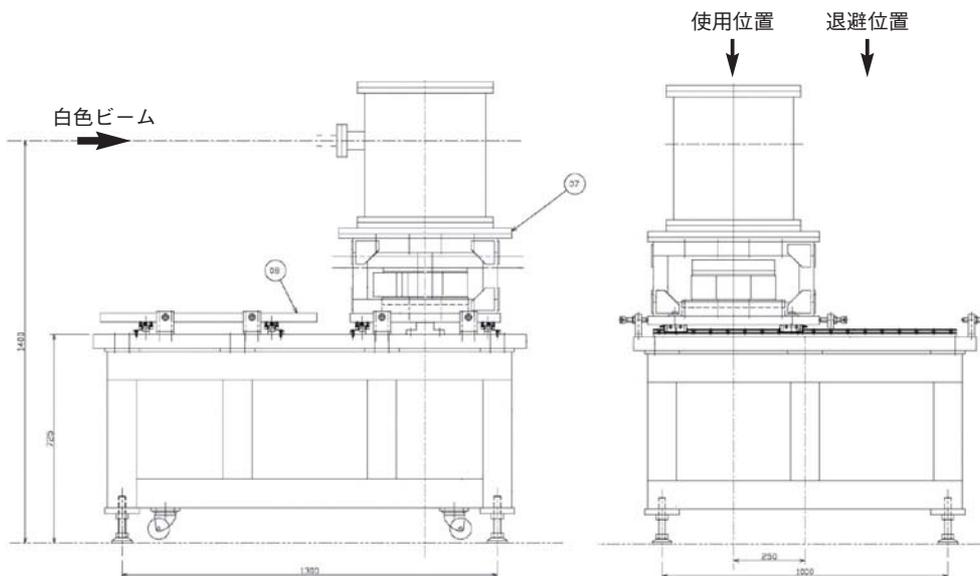


図2 前置光学系と定盤の側面図 (左) と正面図 (右)

使用時には右図の白色ビームが通る使用位置に固定し、使用しないときはレール上を退避位置へ移動させる。前置光学系を退避位置に移動させると、使用位置の部分が定盤として使え、医学利用研究ではマイクロビーム放射線治療の実験のために、スリットスキャン型X線シャッターやマイクロビームコリメーターを配置して実験に使っている。また、前置光学系の上流側には前置光学系のヘリウムチェンバーよりさらに大型のチェンバーを載せられるキャリアが装備されており、将来的に大型のシリコン結晶を使った分光器を組み込む予定である。

## 2. DXAFS計測装置の移設および改造

DXAFS計測装置に関しては、試料への入射X線の強度増加と測定エネルギー領域の拡張を図るために、従来の光学ハッチ3から、より広いスペースを有する光学ハッチ2へ移設し、それに伴いDXAFS用回折計の改造を行った。回折計は、分光器位置調整用の並進ステージ、昇降ステージ、回転ゴニオメーターと試料位置調整用の $2\theta$ アームから構成され、光学ハッチ2の上流側の定盤上に設置されている(図3)。分光器はSi(111)表面の水冷・曲率固定式タイプで曲率半径は $R=2000\text{mm}$ である。CCD検出器は、計測エネルギー領域に依存して試料との距離を1~2mの範囲

で変更するため、専用の架台に搭載して回折計から独立して $\theta$ - $2\theta$ 配置できるようにした(図4)。回折計を設置した定盤上には、医学利用や白色トポグラフィ実験などで使用するアブソーバーユニットも並列に設置されている。各装置は定盤上でLMガイドを用いた水平移動ができ、ビーム光軸上への入れ換えが容易に実現できるように設計されている(図5)。

今回の改造により、試料位置での水平方向の集光サイズ： $200\mu\text{m}$ 以下が達成され、また25keV付近のX線の入射強度が、従来の約2倍の $2.3 \times 10^{10}\text{cps}$ に増加した。

## 3. 高温高压実験の現状

高温高压実験では、近年、高压ガス容器のヒーターが断線するトラブルが頻繁に発生したため、十分な質と量の実験データを得ることができなかった。その原因が、Heガスボンベ配管の汚染による高純度Heガスへの湿気の混入であることが特定された。そこで、配管を真空引きして洗浄することにより問題を解決した。これにより、膨張したアルカリ金属流体や超臨界水のX線構造解析や、超臨界流体水銀の不純物効果の研究などが実施され、質の高いデータが得られるようになった。

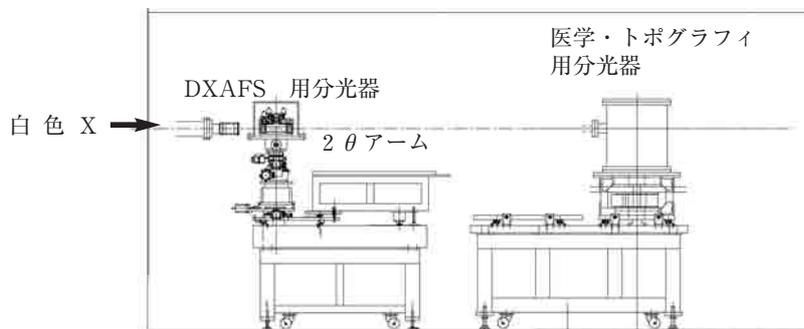


図3 DXAFS用回折計配置図

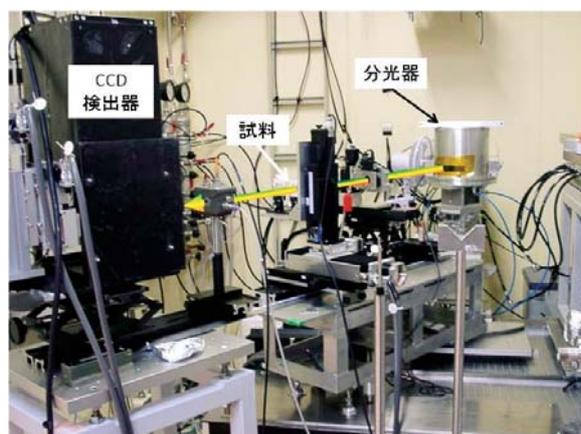


図4 DXAFS測定時の配置

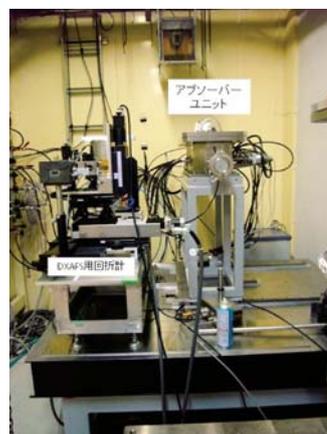


図5 DXAFS装置を退避させた状態

#### 4. 高エネルギー白色X線回折実験

2007年度におけるBL28B2の高エネルギー白色X線回折に関して、鉄鋼の内部ひずみを測定する2つの技術の開発が行われた。ひとつはX線イメージングと回折を組み合わせ、き裂先端のひずみ分布を測定する方法であり、もうひとつはマイクロビームを用いて結晶粒内のひずみ分布を測定する方法である。これら2つの手法は開発段階であり、測定精度の向上や測定時間の短縮などの改良を行う必要があるが、開発の第一段階として、成功を収めたと言える。

##### 4-1 高エネルギー白色X線による材料内部のき裂先端の高精度ひずみ測定とイメージング

材料内部のき裂先端微小領域の応力分布を非破壊で高精度に測定する手法の開発は産業界から強く望まれている。しかし、材料内部にあるき裂先端の位置は外部から特定することが難しく、また、き裂近傍の応力は複雑かつ急激に変化しているので、正確に評価するためには、その位置を検出しひずみ分布を細かく測定する方法を確立しなければならない。そこで柴野らは、高エネルギー白色X線を用い、X線CTと回折とを組み合わせ、数mmの厚さの低合金高張力鋼JIS SHY685内部のき裂先端近傍におけるひずみ分布を測定した。その結果、以下のことが得られた。①直径5mmの鋼棒に導入された疲労き裂の引張負荷時のX線CT撮影に成功した。②疲労き裂は表面よりも内部でより深く進展している様子が確認できた。③X線CT画像を基にき裂先端近傍を特定し2次元ひずみマッピングを行った。④材料内部のき裂先端の応力集中を示すひずみ分布が得られた。図6に直径5mmの試験片内部のき裂近傍X線CT画像の一例を示す。内部ではき裂が深く進展していることが分かる。図7に材料内部のき裂先端近傍においてき裂と直交する方向のひずみ分布を示す。ひずみ算出に用いた格子面は(321)面である。き裂進展面に沿って、その先端ではたいへん高い引張ひずみが生じていることがわかる。

##### 4-2 高エネルギー白色X線マイクロビームと半導体検出器を用いた結晶粒内のひずみ分布測定方法の開発

高温高圧水中におけるステンレス鋼の粒界型応力腐食割

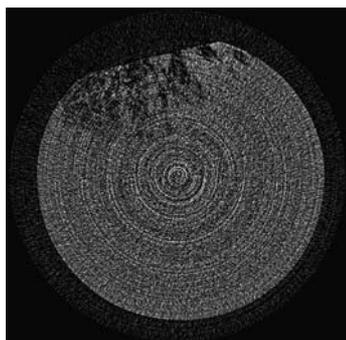


図6

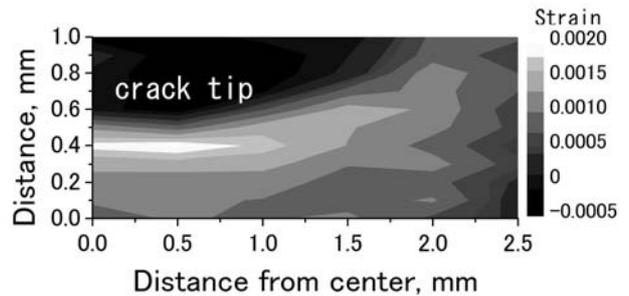


図7

れ(IGSCC)は原子力発電施設において重大な事故につながる可能性がある。それを未然に防ぐための根本的な対策をとるためには、き裂発生・進展のメカニズムを理解しなければならない。そのメカニズムの一端を解明すべく、IGSCCにおいてき裂の発生箇所となる結晶粒界部に注目し、その局所的なひずみが、冷間加工度や応力負荷状態によりどのように変化するかを、白色X線マイクロビーム走査および半導体検出器(SSD)と画像検出器(フラットパネルセンサー、FPS)を用いて測定する試みを実施した。試料は厚さ0.3mmのオーステナイト系ステンレス鋼板である。結晶粒界近傍のひずみ分布を測定するためには、まず、結晶粒界の位置を特定しなければならない。白色X線マイクロビームを試料に照射したときの回折パターンを、画像検出器を用いて測定し、回折パターンの変化が大きいところを結晶粒界として、画像化した。これにより、ひずみ測定を行う位置を特定できた。検出器を半導体検出器に置き換え、ひずみを測定した。図8に結晶粒界の分布を示す。明るいコントラストが回折パターンの変化が大きい場所である。図9にこの結晶粒内の回折面間隔分布を示す。図8と図9の分布傾向は一致しているが、複数の結晶粒を測定して統計的にこれらの傾向を把握しなければならない。

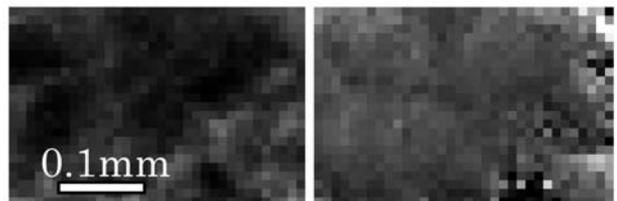


図8

図9

利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ  
梅谷 啓二  
利用促進研究部門 分光物性Iグループ  
加藤 和男  
産業利用推進室 産業利用支援グループ  
梶原 堅太郎  
利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ  
八木 直人