

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る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、高温高圧実験、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2007年から、幅50mmの白色ビームを利用可能とするためハッチ内の光学機器や定盤の改造を進めている。そして、Attenuator Unit、Fast Shutter、Diffractometer（前置光学系）を、1200mm×1500mmの2台の定盤に分けて配置する改造を行った。上流側の定盤にはAttenuator Unitを載せ、下流側の定盤にはDiffractometer（前置光学系）を載せている。なお、Fast Shutterは使用時にのみ定盤に載せるようにした。下流側の定盤で前置光学系の上流側には、前置光学系のヘリウムチャンバーよりさらに大型のチャンバーを載せられるキャリアが装備されており、2008年においては、ここに大型のシリコン結晶を使った分光器を組み込むチャンバーを設置した。

分光器チャンバーの構造を図1に示す。図で左側がX線入射側から見た図であり、右側が側面図でX線は図に対し左側から入射する。分光用大型シリコン結晶は幅50mmの白色ビームに対応し、長さ600mm×高さ80mm×奥行き40mmで、図1に示すように結晶の垂直面で回折し水平方

向へビームを振る構造である。結晶は水冷用ホルダーに固定され、大型の回転ステージに固定された大型ラボジャッキの上に載っている。主に1結晶分光器として使う予定であり、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る。分光器部分は大型の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。なお、図1のチャンバーを使用しないときはレール上を移動させ、下流側の定盤上の退避位置へ移動させることができる。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を配置して実験に使っている。

2. DXAFS用ビームモニタCCD検出器の高度化

時間分解エネルギー分散XAES (DXAFS) 計測に関しては、前年度、DXAFS回折計の改造と光学ハッチ3から光学ハッチ2への移設を行った後、大きなトラブルが無く順調にユーザー実験に供されている。この改造により、X線入射強度が約2倍に増加し、時間分解能の向上が実現された。一方、XAESスペクトルの測定領域に関しては、現在使用している可視光変換型CCD検出器（ビームモニタ（浜松ホトニクス製BM2）+CCD（浜松ホトニクス製C4880-80等））のX線受光幅によって制限を受けている状況にあった。そこで今回、受光幅を拡張したビームモニタCCD検出器の開発を行った（図2）。ビームモニタCCD検出器で受光できるビーム幅は、CCDの素子サイズと光学レンズの縮小率によって決まる。今回の改造ではCCD本体はそのままで、(1) ビームモニタ部の蛍光板サイズを2倍に拡大、(2) レンズの縮小率を2:1から4:1に拡大する

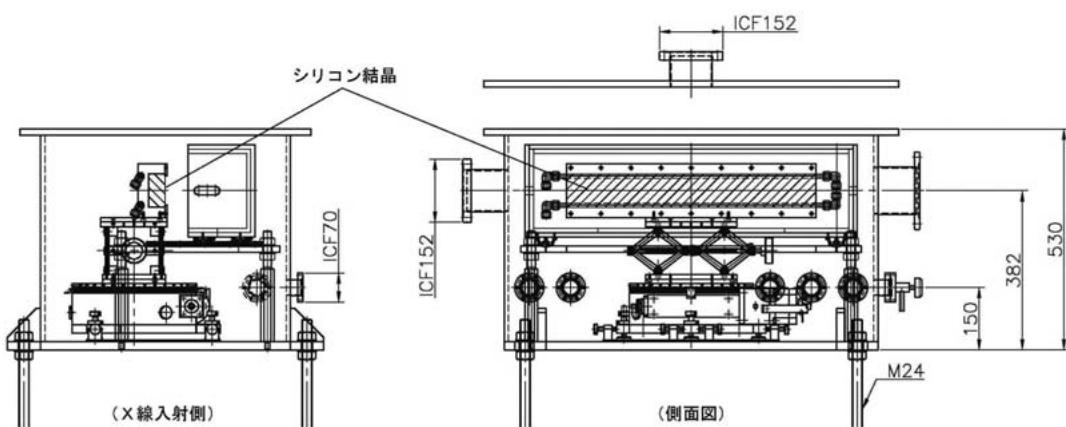


図1 大型結晶用分光器の構造

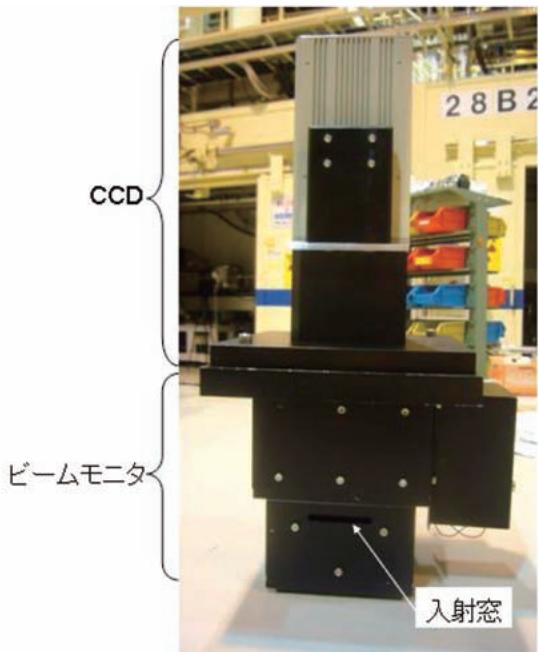


図2 ビームモニタCCD検出器

ことにより、ビーム受光幅を従来の14mmから28mmに拡張することに成功した。図3に改造前後のPdホイルのPd K吸収端のXAFSスペクトルを示す。本改造により、25keV付近では、従来の約2倍の2keVのエネルギー領域を計測することが可能となった。これは、通常のXAFS計測では十分な計測領域に相当する。

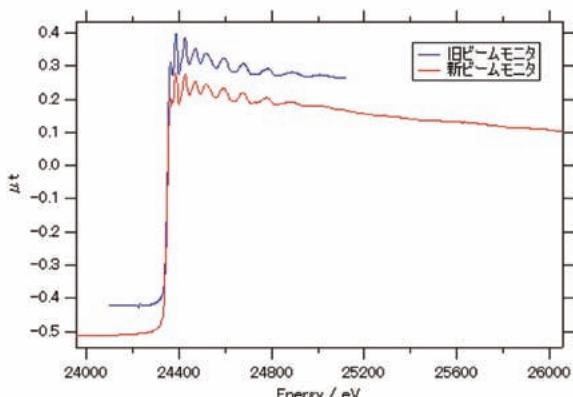


図3 PdホイルのPd K吸収端XAFSスペクトル

3. 高圧実験の現状

本年度はビームラインに設置されている高圧ガス設備を用いた高温・高圧下でのX線散乱実験がトラブルなく順調に行われた。液体Se₈₀Te₂₀合金は1000°C以下の温度範囲で165MPaまでの圧力下での測定が行われた。また、昨年度実施した高圧ガス容器のヒーターが断線するトラブルの原因の特定と、その対処法の確立により、1000°Cを超える高温

での測定が安定に行えるようになり、液体Ge-Si合金、液体鉄ならびに液体銅において、約10MPaの圧力下で1000°C超の高温での測定が実施された。

4. 微小領域内ひずみ分布測定

前年度に引き続き、白色X線マイクロビームを利用した微小領域内のひずみ分布測定技術の開発を行った。一般的なX線ひずみ測定が多結晶組織全体の平均的なひずみを評価するのに対し、本技術は個々の結晶粒内のひずみを評価することができる点が特徴である。これまで、ひずみの評価位置を決めるための結晶粒界画像化技術の開発、試料を回折計の中心に精度よく設置するための試料ホルダ改良、測定結果の解析ソフトの開発・高速化を行ってきた。これらの改良により、約0.04%以下の測定精度で回折面間隔の評価が行われるようになった。以下に測定例を示す。

図4に実験装置の写真を示す。回折計に設置した試料に白色X線マイクロビーム（ビーム径は10μm程度）を照射し、試料からの回折X線を検出した。検出器には半導体検出器を用いて、回折角度および回折X線のエネルギーを測定し、回折面間隔dを算出した。更に、試料のX線照射位置を走査することで得られるdの分布から結晶組織内のひずみ分布を評価した。本技術を用いて、冷間加工度20%のSUS316の引張前後（0.1%耐力相当）におけるd分布を比較し、その差から、引っ張りにより発生したひずみ分布の評価を行った。

代表的な結晶粒内のひずみ分布を図5に示す。インジケータがひずみの大きさを示している。図中に示した赤い線はEBSDで得られた結晶粒界である。本測定結果と比較して結晶粒の位置は一致しているものの形状が一致していないのは、EBSDは試料表面の結晶粒界を測定することに対し、本技術は試料内部を測定していることに起因していると考えられる。図から分かるように、結晶粒内でひずみ分布は一様ではなく0.3~0.5%の分布を持っており、特に結晶粒界近傍で数箇所、ひずみの集中している箇所が認めら

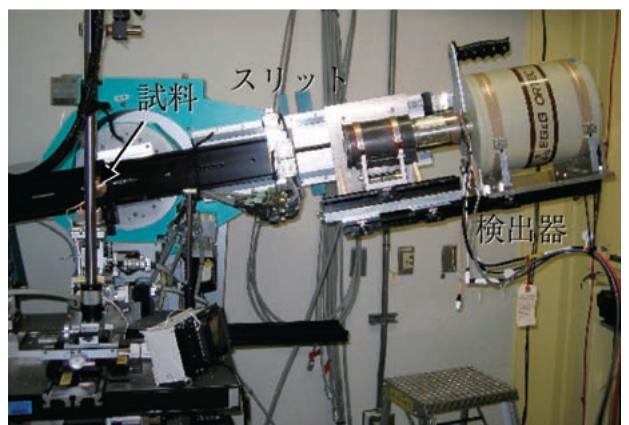


図4 実験装置

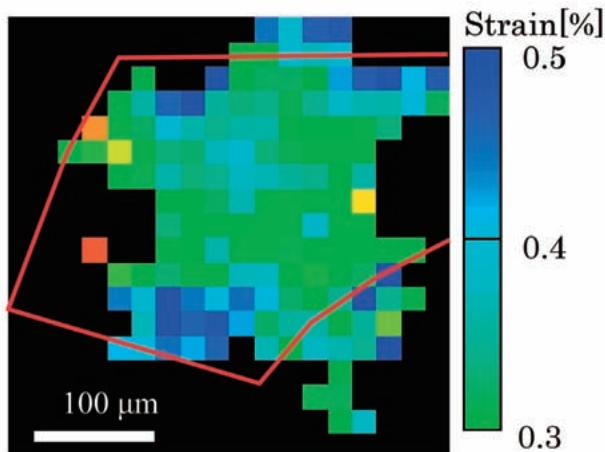


図5 SUS316の結晶粒内のひずみ分布

れる。このようなひずみ集中部の存在は材料の機械的特性に影響を及ぼしていると考えられる。

このように、結晶組織内のひずみ分布評価を行う技術を構築することに成功した。測定結果は結晶粒内にはひずみ集中箇所が存在することを示唆していた。

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