

BL28B2 白色X線回折

1. ビームラインの概要と整備

本ビームラインでは、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など、異なった研究分野において異なった手法を用いた実験が行われている。本年度はビームライン全般にかかわる改良として、He供給装置の流量切り替えの自動化が行われた。第2光学ハッチ内に設置された光学機器（アブソーバー、分光器など）は、X線吸収の低減とオゾンによる酸化防止のためにチェンバー内にHeが常時供給されるようになっている。実験により使用機器の入れ替えを行う際は、約2 L/minの大流量で数時間Heを流して機器内をHeに置換した後、200 mL/min程度の小流量に切り替えを行っている。従来、He流量の切り替えは手動で行っていたが、2009年度に流量自動切替器を整備した（図1）。本器は、設定時間に達すると自動的に大流量から小流量に切り替わるように設計されており、タイマーリレーにより、使用するチャンバーサイズに適当な大流量フロー時間を設定することができる（参考文献：工作支援チーム 本年報）。

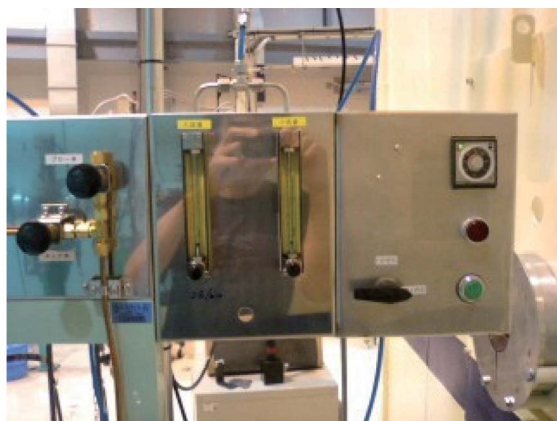


図1 He流量自動切り替え装置

各利用実験に関する現状と2009年度高度化の内容は以下の通りである。

2. マイクロビーム治療研究装置の改良

2005年からマイクロビーム放射線治療の研究がSPring-8のBL28B2で開始された。この治療法では白色X線を使いコリメータを通して、200 μm の間隔に並んだ幅25 μm のすだれ状の白色ビームとしてガン組織に照射することの特徴とする。この方法の特徴は、ガン細胞だけが選択的に死

滅するが、ガン組織周りの正常細胞はほとんど損傷を受けないことである。当初はハッチ内の既存設備を流用していたが、新たに専用の機器を開発しユーザーフレンドリーな装置とし、実験効率や精度の向上を目指した。図2 (a) は高速白色X線シャッターであり、2枚の厚さ3 mmのタンタル板をクローズドループ制御のステッピングモーターで約5度回転させ、2枚のタンタル板の間をX線が通るときにX線照射状態とする構造である。図2 (b) は、タングステンブロック（高さ30 mm×幅60 mm×厚さ20 mm）を2個使い、スリットブレードの厚さが20 mmで、スリット間隔が可変のコリメータである。図2 (c) は、照射部であり実験動物を1スリットビームの照射ごとに一定間隔で

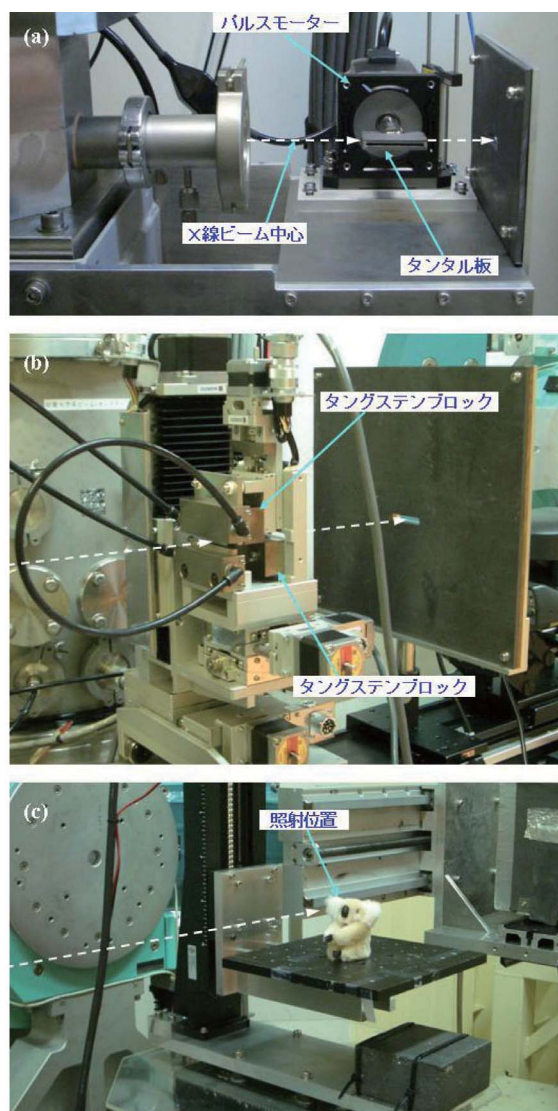


図2 マイクロビーム治療研究装置の構成

上下方向へ移動することにより、一定間隔に並んだすだれ状の多重ビーム照射を行う。現状では、開閉時のタンタル板の駆動時間は約20 msであるため、シャッター開時間として50 ms以上で使用している。今後の改良では、タンタル板の駆動時間を10 ms以下とすることを目標としている。そして、シャッター速度の高速化により、心電同期での白色マイクロビーム照射などを目指している。装置の制御はパソコンから、マイクロビームの幅、マイクロビーム数、照射時間等を入力するだけであり、後は自動的に照射をするユーザーフレンドリーな構成となっている。

3. DXAFS計測装置の改造

・ CCD制御ソフトの整備

時間分解エネルギー分散XAFS (DXAFS) 計測に関しては、Quick XAFSより高速な時分割XAFS測定を中心としたユーザー利用を行っている。2009年度も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。

DXAFSの計測には、CCD検出器 C4880-80 (浜松ホトニクス製) を位置敏感型検出器として使用しており、その制御ソフトとして、HiPic (浜松ホトニクス製) を使用している。HiPicは、汎用的にCCDを制御するよう非常に多機能になっているため、ユーザーが誤操作し易く、計測不能となるなどトラブルの原因となっていた。そこで、DXAFS測定に必要な機能に限定したCCD制御ソフトを開発した (図3)。これにより、CCD制御並びにデータ収集の操作が簡素化され、上記のトラブルが解消された。

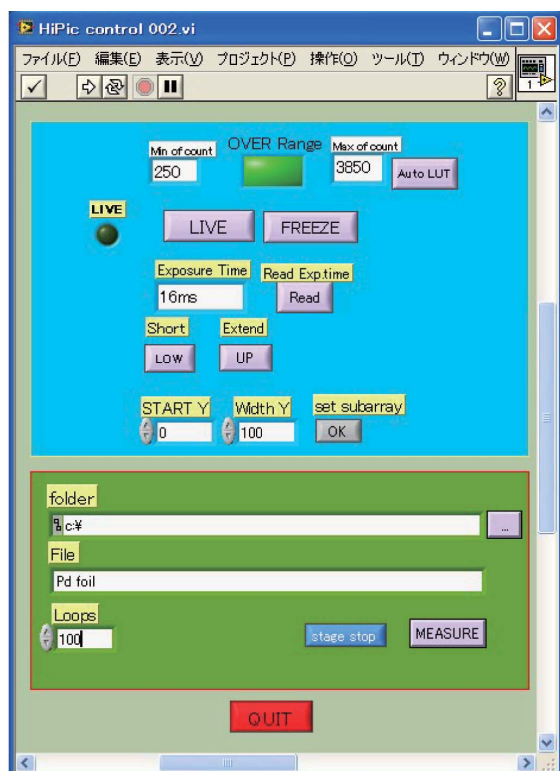


図3 CCD制御プログラム

・ 電気加熱炉温度調節器の改造

BL28B2ではこれまでに、in-situ環境下で試料を加熱昇温しながらXAFS測定を行う研究が数多く行われており、これらの研究に対応するために、様々な実験条件に対応した電気炉の開発および温度制御下での自動XAFS測定プログラムの開発などを行ってきた。

2009年度は新たに、ユーザーPCから温度制御プログラムを使用できるように、電気加熱炉温度調節器をチノー製への変更とゲインのデジタル表示化を行った。本改造により、測定条件や温度制御パラメーターはユーザーPCにファイル保存できるようになり、BL01B1での同種実験とのパラメーターの共有化が可能となった。また、加熱条件や電気炉を交換した際の温度制御パラメーターの変更作業が簡素化され、パラメーターの入力ミスも解消された。

4. 高温高圧実験の現状

本年度もビームラインに設置されている高圧ガス設備を用いて、高温・高圧下でのX線散乱実験が大きなトラブルなく順調に行われた。本年度は液体鉛のX線散乱実験および液体ビスマスのX線散乱実験が行われた。どちらの液体金属も最高温度1500℃以下の温度範囲で10 MPa程度の高圧Heガス雰囲気中で測定が実施された。

5. 高エネルギー白色X線回折実験

・ 局所ひずみ測定技術の高度化

白色X線マイクロビームによる局所ひずみ測定は、多結晶材料中の個々の結晶粒の弾性ひずみを測定する技術である。そのメリットは、結晶方位が未知の任意の結晶粒であっても、白色X線ならば確実に回折を起こす点にある。この回折スポットの回折角度 θ を画像検出器で特定し、X線波長 λ を半導体検出器で特定することで回折面間隔 d が導出される。更に、試料をXY走査することで回折面間隔の分布を知ることができる。

これまで、ひとつの測定対象の結晶粒に対し、半導体検出器の位置を固定して回折面間隔の分布測定を行っていたが、結晶粒内のXY走査において回折スポットを検出できない場所もあった。これは、回折格子面の方位が、結晶粒内で分布を持っているため、回折スポットがシフトして半導体検出器の狭い受光面積から外れるためであった。そこで2009年度は回折スポットの方位をあらかじめ精度よく決定し、試料のXY走査に併せて、検出器の位置を移動させる測定系を構築した。図に測定例を示す。試料はオーステナイト系ステンレス鋼SUS316の結晶粒内の弾性ひずみ分布である。試験片に0.1%耐力相当の引張外力を印加した前後でそれぞれ回折面間隔の分布を測定し、その差を外力印加によって生じた弾性ひずみとした。この試験片は冷間加工を施しておらず回折スポットが小さいため、以前の方法では回折スポットを検出できない場所が特に多かったが、

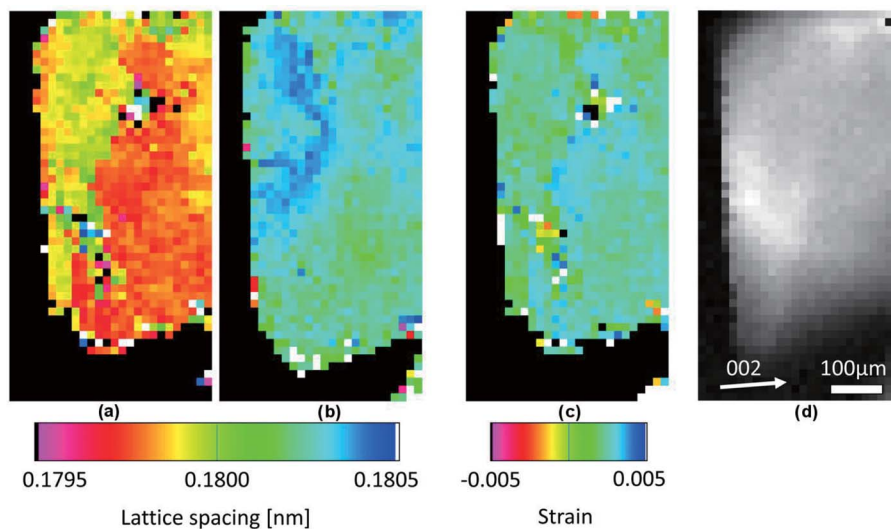


図4 ステンレス鋼の結晶粒内の回折面間隔分布（引張前(a)と引張後(b)）、弾性ひずみ分布(c)および結晶粒形状(d)

今年度の改善で確実に結晶粒全体のひずみ分布が測定できるようになった。

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