

BL28B2 白色X線回折

本ビームラインでは、薬効評価などのための小動物機能イメージング、マイクロビーム放射線治療の基礎研究、時間分解エネルギー分散XAFS (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ける異なった手法を用いた実験が行われている。各利用実験に関する現状と、2012年度高度化の内容は以下のとおりである。

1. 高速X線シャッターの開発

ラットやマウスを使った心臓病を対象とした薬効評価や新たな治療法開発のために、ラットやマウスの心臓の微小血管撮影を行っているが、心拍数が格段に高い小動物の心臓の撮影には、高速のX線シャッターによる数ミリ秒以下のパルスX線の生成が重要な要素となっている。現状のX線シャッターは、シャッター時間がミリ秒対応で撮影速度が30画像/sであるのに対して、新たに製作したシャッターではシャッター時間が0.2 msまたはこれ以下であり撮影速度100画像/sを目指している。このため、2013年度では従来型のシャッターに対して、図1に示す構造の新たな回転円盤型シャッターを開発した。厚さ15 mmのステンレス板から成る円盤2枚は、4カ所にスリットを有する同一形状で同期して回転する構造であり、スリットがビームを横切るときにパルスX線が作られる。図に示すように円盤2枚を回転して互いにずらすと、2枚の円盤が作るスリットの幅が変わり、X線パルス幅（照射時間）を連続

的に0.0～20.0 msの範囲で設定できる。円盤2枚は、それぞれ独立した2台のサーボモーターで回転し、発光及び受光ダイオードを組み合わせた光センサーで回転位置を検知して精密制御を受ける。従来のシャッターは同様な回転円盤型であるが、円盤2枚を1台のサーボモーターで駆動する構造であり、1台のモーターへの負荷のため撮影速度が30画像/s以上の高速化には対応できなかった。

2. 高エネルギー白色X線回折実験

BL28B2では白色X線マイクロビームを用いたエネルギー分散型の回折実験EXDM (Energy Dispersive X-ray Diffraction Microscopy) を行っている。EXDM手法とCT (Computed Tomography) 測定と組み合わせて、コンクリート材料の鉱物分布を評価するシステムを構築した。

図2に実験装置の概要を示す。本手法では、CT測定で観察された関心領域の回折スペクトルを測定して鉱物の同定を行う。CT測定では、画像のコントラストを向上させるために、シリコン単結晶でX線を単色化した。このシリコン単結晶は試料の下流側に設置され、試料に対する入射X線の位置が変わらないようにした。X線回折スペクトル測定では、スリットS1、S2及びS3により関心領域のみからのX線信号がSSDに取り込まれた。

図3はCTの測定例であり、モルタル試料の断面像である。図4 (a) はスペクトルの積分強度分布であり、図3の破線で囲んだ部分と形態の特徴が一致しており、意図した位置

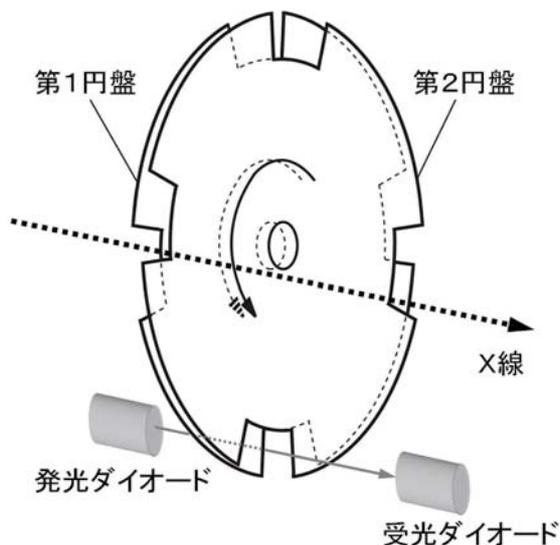


図1 回転円盤型シャッターの原理と外観写真

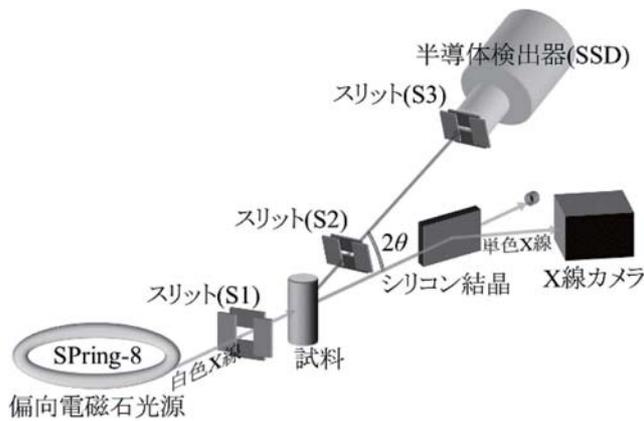


図2 実験装置概要

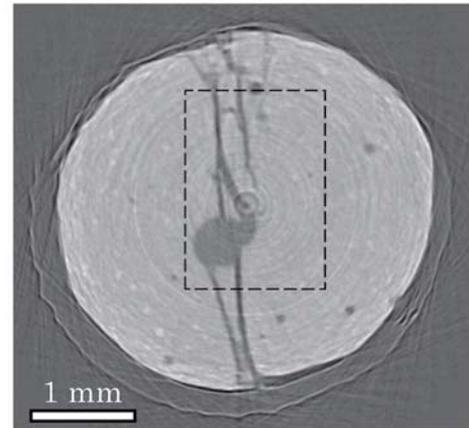


図3 CT再構成像

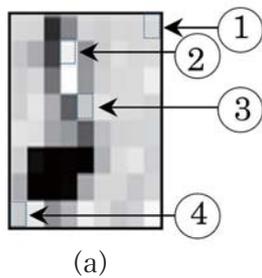
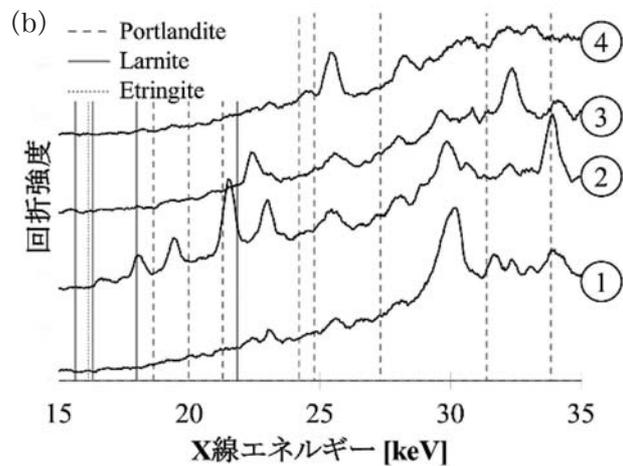


図4 X線回折強度分布図(a)と回折スペクトル(b)



のスペクトルが測定できたことを示している。図4 (b) は、図4 (a) 中に1から4の番号で示した位置のX線回折スペクトルである。試料の位置の違いに由来した回折スペクトルの変化が確認されており、鉱物の分布が示唆された。

3. DXAFS実験

時間分解エネルギー分散XAFS (DXAFS) ステーションでは、BL01B1のQuick XAFSよりも高速な時分割XAFS測定を中心としたユーザー利用を行っている。2012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た。2012年度は、主に10 keV以下の低エネルギー領域のDXAFS測定システムに関する高度化を行った。

・湾曲量可変型ブラッグ型結晶分光器の改良

12 keV以下の低エネルギー領域のDXAF測定には、湾曲量可変型のブラッグ型結晶分光器を開発し使用してきた。しかしながら、分光結晶の温度制御を行ってこなかったため、分光結晶が熱平衡に達せず、エネルギードリフトが起こっていた。そこで、新しい間接冷却型結晶湾曲機構を開発した(図5)。冷却槽は、槽壁内に設けられた流路

を冷却水が流れる構造になっている。冷却槽内には、粒径：0.5 mmの銅粒子が満たされており、分光結晶の下部の幅：約5 mmを銅粒子層内に浸すことにより、結晶の温度調整が行われる。これにより、分光結晶の温度は、ビーム入射後4分程度で熱平衡に達し、± 0.01°C程度の変動

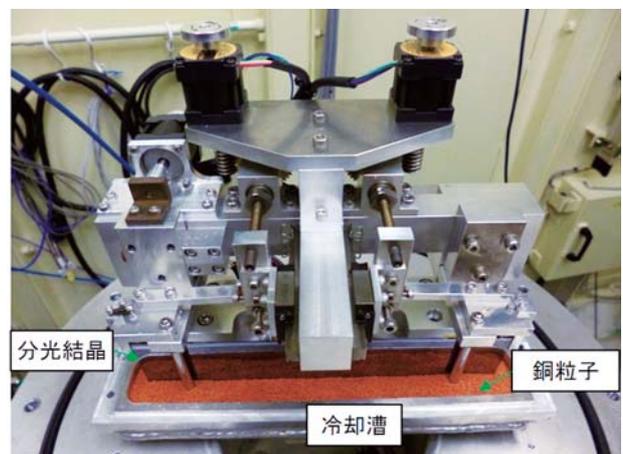


図5 新規設計の冷却機構付湾曲量可変型ブラッグ型結晶分光器

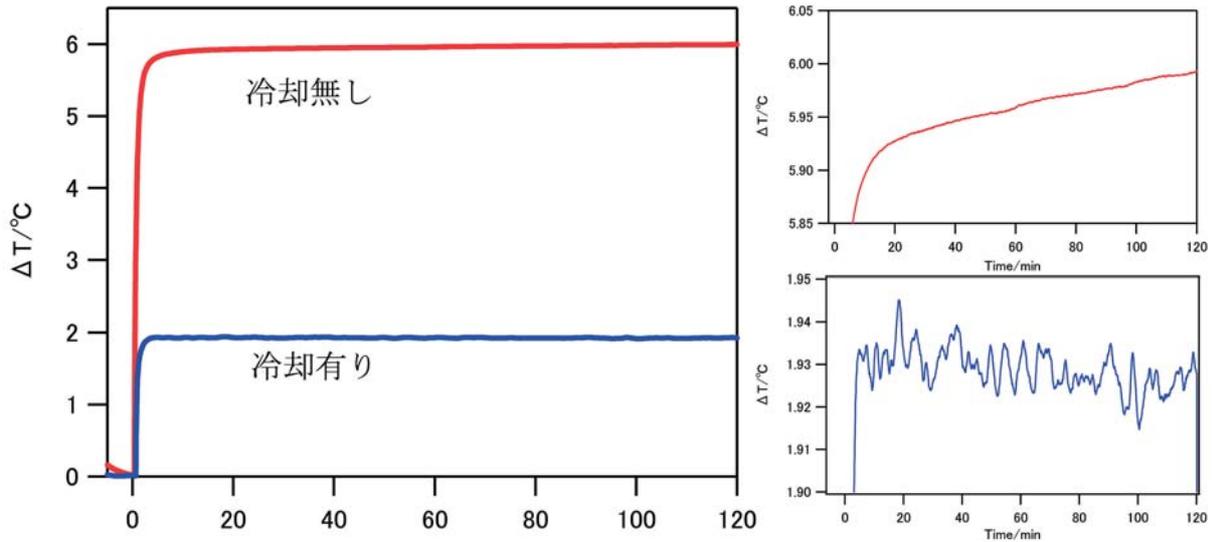


図6 ビーム入射後の分光結晶の温度変化

に抑えることが可能となった (図6)。この結果、DXAFS スペクトルのエネルギードリフトを2時間で0.03 eV程度と改良前の1/10以下に低減できた (図7)。今後、湾曲機構の高剛性化などの改良を進めていく計画である。

・1 m長高調波除去ミラーの改良

特に低エネルギー領域では、高調波除去ミラーの使用が必須である。これまでは、予算の都合により、250 mm長のRhコートSiウエハーを4枚並べて1 m長のミラーを構成したものを一時的に使用していた。しかしながら、ミラー表面の平滑性や平面性が低く、十分な高調波除去が行うことができず、特に、7 keVよりも低いエネルギー領域におけるDXAFS測定に支障が生じていた。これを解決するため、新規に高調波除去ミラーシステムの整備を行った。ミラー本体には、1 m長Ptコート石英ミラーを導入した。ミラーの上下方向及び傾き角の調整は、ミラーホルダーの両端底部に設置した2台の昇降ステージにより行う。ミラー本体及び昇降ステージは、Heチャンバー内に収納し、X線の吸収・散乱及びミラー表面の劣化を抑えた。新ミラーシステムにより、7 keV付近のDXAFSデータの質が大きく向上することを確認した (図8)。

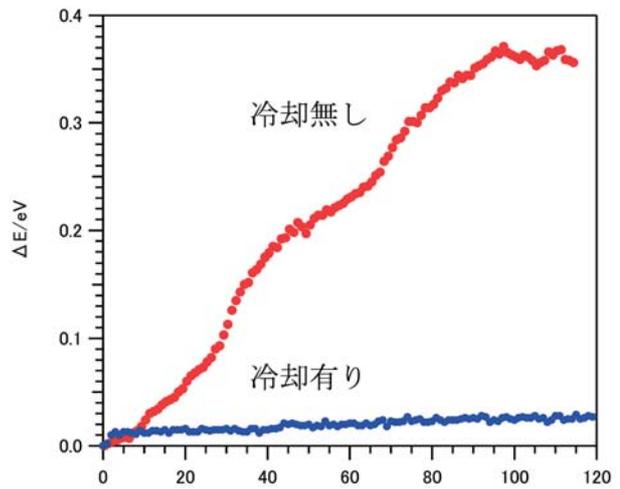


図7 DXAFS スペクトルのエネルギードリフト

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
 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

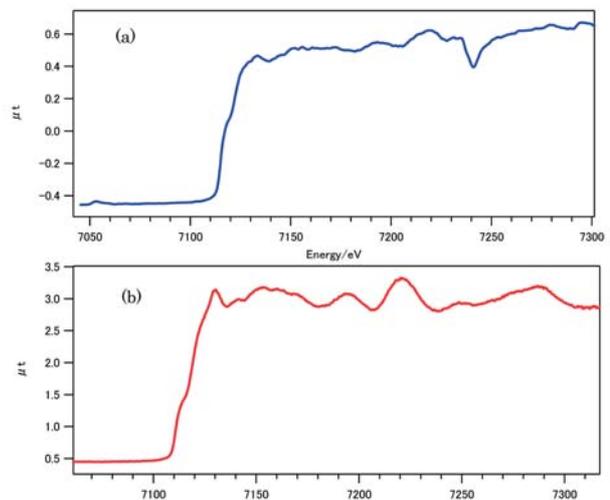


図8 Fe箔のFe-K端DXAFSスペクトル。(a)旧ミラー、(b)新ミラー。