

## BL28B2 白色X線回折

BL28B2は標準的な偏向電磁石を光源としたビームラインで、薬効評価などのための小動物生態機能イメージング、マイクロビーム放射線治療の基礎研究、高エネルギー白色X線による回折とイメージング実験、時間分解エネルギー分散XAFS (DXAFS) 測定、高温高圧実験など、異なった研究分野における異なった手法を用いた白色X線を利用する実験に用いられている。2013年度における主な高度化の内容は以下のとおりである。

### 1. マイクロビーム放射線治療の基礎研究

放射線治療では、体外から体内の正常組織に囲まれた癌組織へ照射するため、正常組織への影響を最小限に抑え、癌組織へは最大限の損傷を与えることが重要である。一般の治療では、まずX線CTで癌組織を画像化し治療計画を立て、続いて治療装置の治療用放射線で撮影した照射野確認画像で照射範囲を確定し照射する。しかし、一般の治療用放射線で撮影する透過像はコントラストや解像度が低く、照射野照合を正確に実施することが難しい。このために2011年度の高度化において、実験動物を使った基礎研究のために、着目部位の辺縁部分が輪郭強調される屈折コントラスト法での鮮明な画像を撮影するシステムを開発した。マイクロビーム放射線治療の基礎研究では、厚さ25  $\mu\text{m}$

程度のシート状ビームが200  $\mu\text{m}$ 間隔で並ぶすだれ状の白色ビームを照射する。これに先立つ照射野確認画像の撮影は、上下左右のスリットを広げた広いX線視野で行う。屈折コントラスト法では、被写体と画像検出器の間隔を長くする必要はあるが、密着状態から6.5 mの距離まで設定でき、幅広い利用が可能となった。

この予備実験装置の開発に続いて、照射野確認画像撮影システムを使いやすくしてユーザーフレンドリーなシステムとするための改良を続けてきた。そして、2013年度において、最終的なシステムに到達した。従来はX線照射装置と画像撮影装置が個別の制御の後に連動する方式であり、非常に複雑で使用法の習得に時間を要したが、今回の高度化により、図1に実験装置全体を制御するウィンドウに示すように、一つのウィンドウで照射野確認画像撮影とマイクロビーム放射線治療の制御が可能となり、ユーザーフレンドリーなシステムを実現することができた。さらに、このウィンドウの中でもユーザーは、左側の実験パラメータ設定のみの操作で実験が可能となっている。

### 2. 高エネルギー白色X線回折実験

X線CTは材料の内部構造を非破壊で画像化できるが、セメント硬化体内部の様々な鉱物はX線の吸収差が小さい

**実験パラメータ設定**

設定項目	最小値	最大値	ステップ	単位	
照射時間 Tx	1	0.01	99.99	0.01	s
移動パルス数 Pz	1000	0	1000000	1	pps
繰り返し回数 n	5	1	200	1	回
駆動動作時間 Tso	xxxx	-	-	-	ms
Z軸移動量 Mzt	xxxx	-	-	-	um
Z軸全移動量 Mz	xxxx	-	-	-	mm
時間遅れ Td	0.5	0.0	5.0	0.1	s

**X線シャッター用モーター制御パラメータ詳細設定**

設定項目	最小値	最大値	ステップ	単位	
最小周波数 Fs1	1000	500	200000	1	pps
最大周波数 Fs2	10000	500	200000	1	pps
加減速時間 Tsa	10	1	1000	1	ms
駆動パルス数 Ps	152	0	10000	1	パルス
回転方向切替	<input checked="" type="radio"/> CW <input type="radio"/> CCW				
駆動動作時間 Tso	xxxx	-	-	-	ms

**Z軸ステージ用モーター制御パラメータ詳細設定**

設定項目	最小値	最大値	ステップ	単位	
最小周波数 Fz1	100	1	500000	1	pps
最大周波数 Fz2	9000	1	500000	1	pps
加減速時間 Tza	100	0	1000	1	ms
ステップ切替	<input type="radio"/> 1(12um) <input type="radio"/> 1/4(3um) <input checked="" type="radio"/> 1/20(0.6um)				
Z軸移動量 Mzt	xxxx	-	-	-	um
Z軸全移動量 Mz	xxxx	-	-	-	mm

**動作**

Check    モーター動作    HIPic接続

実行    画像表示    -

**状態**

初期化終了

図1 マイクロビーム放射線治療の基礎研究のための実験装置全体の制御ウィンドウ

ため、その分布の測定や鉱物種の同定を行うことができない。そこで我々はCTにより内部構造の把握をした後に局所的な（数百マイクロン）関心領域からの白色X線回折（XRD）信号を得ることで鉱物の分布を調べる手法を2012年度に開発した。

2013年度は本手法の高度化を行った。具体的には、試料をCT測定の回転軸を使って揺動することで関心領域の平均的な回折信号を取得すること、および最適なスリットサイズの検討を行った。普通ポルトランドセメントの粉体をキャピラリに充てんしたものを試料として用いた。

図2に示すように露光時間中に試料を揺動することでこれまで測定できていなかった回折ピークが測定できるようになった。

表1 スリット条件

	S1		S2		S3	
	鉛直	水平	鉛直	水平	鉛直	水平
A	0.15	0.05	1.0	0.025	3.0	0.15
B	0.15	0.05	3.0	0.025	10.0	0.15
C	0.15	0.05	1.0	0.05	3.0	0.05

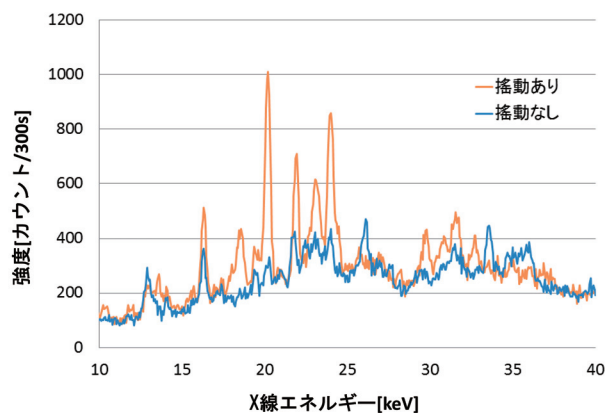


図2 回折スペクトル。普通ポルトランドセメント。0.8 mm φキャピラリ。スリット条件A

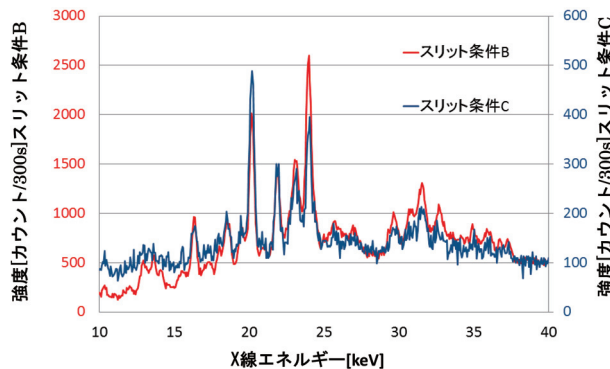


図3 回折スペクトル。普通ポルトランドセメント。0.8 mm φキャピラリ。揺動あり。

うになった。図3はスリットのサイズ（表1）を変えた時の回折スペクトルである。スリット条件Bの回折強度はスリット条件Cの回折強度の数倍になった。危惧された回折ピーク幅の広がりや回折ピーク位置のシフトは検出されなかった。

### 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。2013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。2013年度は、主に高調波X線除去用ミラーシステムの常設化およびステーションの集約化を行った。

#### ・高調波X線除去用ミラーシステムの常設化およびステーションの集約化

低エネルギー領域のXAFS測定においては、高調波X線の除去が必須である。BL28B2では2012年度に1 m長Ptコートミラーを用いた高調波X線除去用ミラーシステムを光学ハッチ2に導入し、7 keV付近でのDXAFSスペクトルの質を大きく向上することに成功した。しかしながら、本ミラーシステムは、設置場所が限定されていたため、ビームタイム毎に据付けおよび撤収作業が必要であった。また、測定エネルギー領域によって利用実験を実施するハッチを変更することが必要であったため、時間と労力をロスしていた。この状況を改善するため、光学ハッチ1の光学コンポーネントの再配置を行い、高調波X線除去用ミラーシステムを光学ハッチ1内に常設できるように改造を行った。これにより、全てのDXAFS測定が光学ハッチ2で行えるようになり、光学調整に要する時間を1/4に削減した。

#### ・低エネルギー領域でのDXAFS計測の高度化

BL28B2のエネルギー分散型XAFS（DXAFS）計測システムでは、12 keVより低エネルギー領域でのDXAFS測定にはブラッグ型結晶分光器を使用している。ブラッグ型結晶分光器では、測定エネルギーによって分光結晶の湾曲率を大きく変える必要があるため、湾曲量可変型の結晶湾曲機構を採用している。結晶の冷却には、結晶と冷却ブロックとの間に熱伝導体としてインジウム-ガリウム合金を挿入した間接水冷却機構が多くのDXAFS計測システムで採用されている。しかし、インジウム-ガリウム合金は侵食性が高く、その除去も困難など取り扱い上の問題がある。そこで、熱伝導体として銅粒子を用いた新しい間接水冷却型結晶湾曲機構を開発した。2013年度では、本水冷却機構の冷却水流量の最適化を目的として、水流量がXAFSスペクトルに及ぼす影響についてスタディを行った。DXAFS計測はNi-K端（8.3 keV）にてNi箔に対して行っ

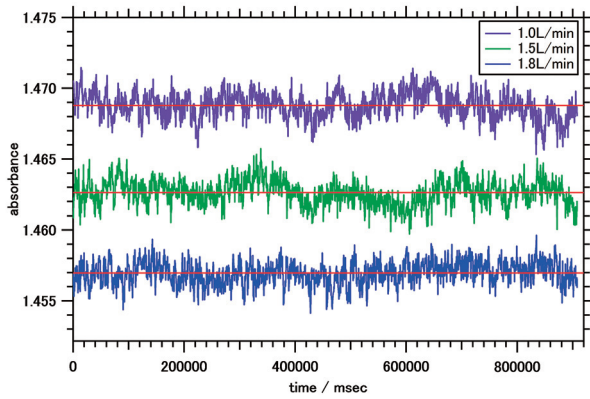


図4 Ni箔のNi-K端(8.3 keV)DXAFSスペクトルの  
ホワイトラインピーク強度の時間変化

た。得られたDXAFSスペクトルのホワイトラインのピーク強度の時間変化を図4に示す。冷却水の流量を1.8 L/minにすることにより、安定化することが確認された。

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

産業利用推進室

産業利用支援グループ

梶原 堅太郎

利用促進研究部門

分光物性 I グループ

加藤 和男