

BL28B2 白色X線回折

BL28B2は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、構造材料を評価するための高エネルギー白色X線による回折とイメージング実験、触媒や燃料電池材料などの動的構造変化の観察のための時間分解エネルギー分散XAFS (DXAFS) 測定、高温高压の液体金属の研究など、多様な研究対象に対し様々な白色X線計測手法を用いた利用研究が展開されている。2014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. 生態機能イメージング

小動物実験の主に微小血管撮影に使われている生体イメージング装置の画像収集装置部分を更新し、使い易さと性能の向上を進めた。図1に従来型と新型の生体イメージング装置を示す。従来型画像収集装置では、カメラコントローラからの画像信号を画像メモリに一度記録し、撮影終了後に制御用パソコンのハードディスクドライブに転送し格納する。新型装置は、従来型に比べて格段に小型で、制御用パソコンの上に乗せている。新型装置の集積回路は発熱量が予想以上に多く、当初は上部カバーを外してファンで冷却していたが、現在は上部カバーにファンを取付け、冷却する構造に改良している。新型装置ではカメラコントローラからの画像信号を高速変換し、制御用パソコンのハードディスクドライブに直接に格納する。これにより、画像データ計測・格納と並行してリアルタイムで信号処理を行うことが可能となり、各種の拡張機能を持たせることができるようになった。例えば、

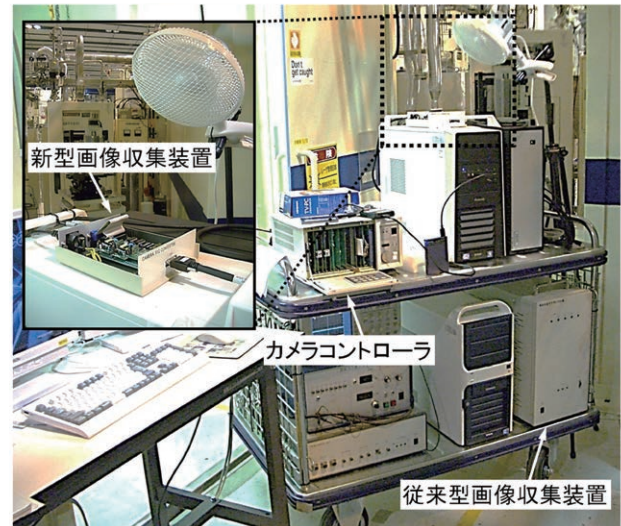


図1 従来型および新型の生体イメージング装置

撮影中画像をリアルタイムで表示すると共に、画像のヒストグラムも同時に表示可能である。また、画像背景のノイズ成分の引算処理により、着目部位のコントラスト強調された画像が撮影中に表示できるため、リアルタイムで鮮明な画像を観察することにより、実験精度の向上が期待できる。今後は、順次に更なる拡張機能を持たせていく予定である。

2. 高エネルギー白色X線回折実験

試料内部での白色X線吸収による回折スペクトルの強度変調を補正するために白色X線の透過率を同時測定する装置を開発した。図2に装置の概要を示す。まず本装

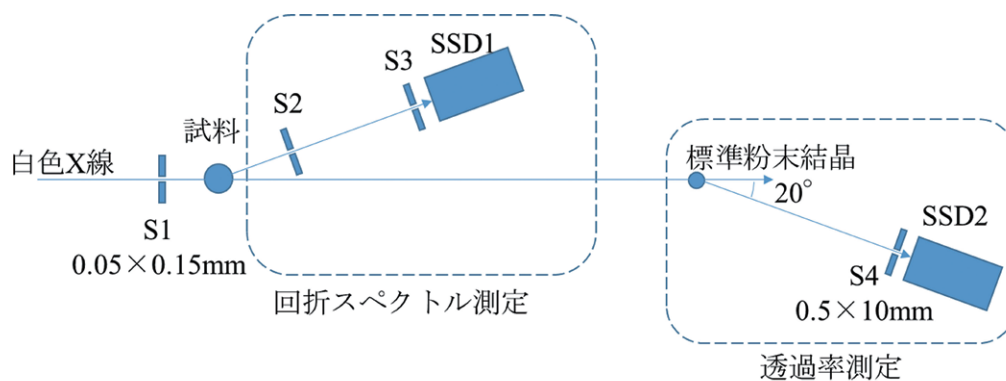


図2 白色光透過率計測装置レイアウト上面図

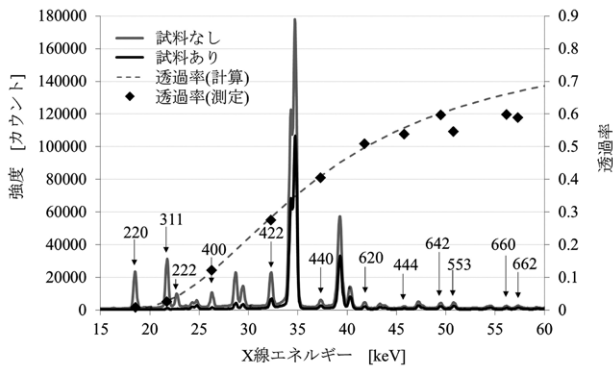


図3 測定対象試料の有無による酸化セリウム(IV)粉末結晶の回折スペクトルの比較と、両者から計算した白色X線透過率の測定値と計算値、および測定対象試料：アルミニウム、露光時間：5分

置の上流（図2左側）に設置された回折スペクトル計測装置により、測定対象試料の回折スペクトルが測定される。試料を透過した白色X線は下流に設置された透過率計測装置に入射し、標準粉末結晶の回折スペクトルが測定される。測定対象試料が光軸上にある場合とない場合の標準粉末結晶の回折スペクトルの比較により、測定対象試料を透過した白色X線の透過率が計算される。図3に標準材料として酸化セリウムを用いた時の測定結果と計算値の比較を示す。20-40 keVの範囲では、透過率の計算値と測定結果はよく一致しており、本手法により正しく透過率が測定できることが確認された。

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、数十ミリ秒～数秒オーダーの時分割XAFS測定を中心としたユーザー利用を行っている。2014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。BL28B2では、より高精度な時分割計測が可能なin-situ DXAFS計測システムの構築を進めている。触媒の反応条件下でのin-situ測定において、活性種における反応速度を正確に求めるには、反応器内の雰囲気を高速度に変化させることが重要である。2014年度は、反応器内を真空排気することによって反応ガスを反応器内へ高速導入することが可能なバッチ式in-situ計測装置から構成される高速ガス置換システムの整備を行った（図4）。本装置では、マルチファンクションDAQにより、ガス導入タイミングを高精度に制御している。また、XAFS測定と同時に時間分解能5msで反応器内の圧力を計測しており、圧力変動による反応速度の変化を確認することが可能である。本装置により、反応器内に600ミリ秒程度でガス導入することが可能となり、すでにユーザー利用に供している。

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

利用研究促進部門

分光物性Iグループ

加藤 和男

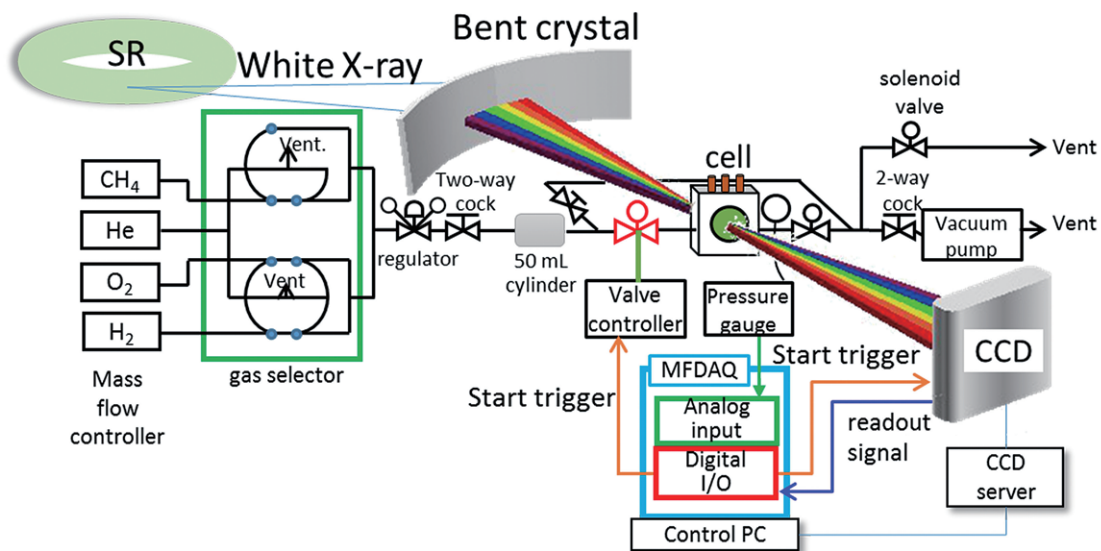


図4 バッチ式高速ガス置換システムと組み合わせたin-situ DXAFS計測装置