# 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体機能イメージング、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白色X線による回折およびイメージング実験、文化財等を非破壊で評価するための高エネルギー X線マイクロ CT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、高温高圧の液体金属の研究など、多様な研究対象に対して白色 X線を用いた様々な計測手法の開発および利用研究が展開されている。2015年度における主な活動状況は下記の通りである。

## 1. 高エネルギー白色 X線回折実験

白色 X線スペクトルを評価する装置を小型化し、より多くの実験に対応できるようにした。2014年度にシリコンの粉末結晶をプローブとして、その回折スペクトルを測定することで白色 X線スペクトルを評価する方法を提案し有用性を確認できたため、2015年度に小型の装置を作製した。図1が装置写真である。装置は X軸併進ステ



図1 白色 X線スペクトル評価装置写真.

ージ、回転ステージ、スピナー、ゴニオヘッド、シリコン粉末結晶、スリット、CdTe検出器で構成されている。回転ステージの回転中心、スピナーの回転中心およびシリコン粉末結晶の位置はオフラインで一致させており、実験に際しては本装置を光軸に設置後、X軸併進ステージによるシリコン粉末結晶の位置調整と回転ステージによるスリットの角度調整(回折角度の原点確認)を行うのみで測定を開始することができる。

#### 2. 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。2015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、触媒の反応ガス導入時の反応過程を高精度 に計測することを目的として、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 可能なバッチ式高速ガス置換システムと組み合わせたinsitu DXAFS計測装置を使用している<sup>[1]</sup>。本装置は14個 の反応ガス制御用バルブを装備しているが、これまでは 全て手動で操作していた。しかし、操作するバルブ数とバ ルブ開閉のパターン数が多いためユーザーが誤操作して しまうことがあり、実験のやり直しをせざるを得なくな るなどトラブルの原因となっていた。そこで、あらかじめ 登録したバルブ開閉パターンをステップごとに進めてい くシーケンス制御ソフトを開発した(図2)。これにより バルブ操作が簡素化され、上記のトラブルが解消された。

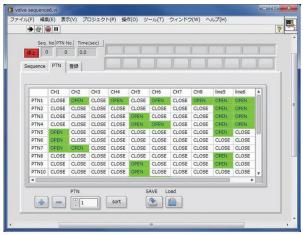


図2 反応ガス制御用バルブ開閉シーケンス制御ソフト.

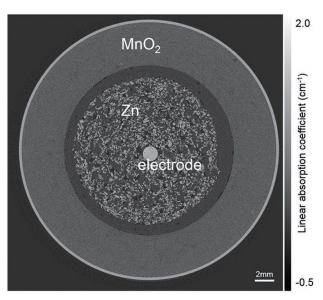


図3 単2アルカリマンガン電池のX線マイクロCT像.

#### 3. 200 keV 高エネルギー X 線マイクロ CT

文化財や化石試料など破壊調査が困難な試料の計測に 対するニーズが高まっていることから、これらの試料を 非破壊かつ高い空間分解能で計測することができるX線 マイクロCTの整備を行った。鉄や銅、あるいは岩石で 構成された試料に対して十分な透過率を得るためには、 100 keV 超の高エネルギー X 線ビームが必要である。そ こで、白色X線に対して鉛フィルタ(厚さ2 mm) およ びタングステンフィルタ(厚さ0.5 mm)を用いることで、 200 keV付近にピークを持ったバンド幅100 keV程度の 白色X線スペクトルを得た。鉛フィルタだけでは、鉛の K吸収端の下側にピークが生じてしまうが、タングステ ンフィルタを併用することにより、鉛のK吸収端で生じ るピークを抑えることができる。特に、低エネルギー側 の余分な成分を除外することにより、マイクロCT計測 におけるビームハードニングの影響を低減させることが できる。

X線マイクロCTの測定では、光学ハッチ2に試料ステージ、光学ハッチ3にX線画像検出器を設置した。試料-検出器間距離はおよそ2 mである。X線画像検出器は、可視光変換型の画像検出器で画素サイズは14.8  $\mu$ mである。撮像視野は、およそ28 mm (H) ×3 mm (V) である。図3に、高エネルギーX線マイクロCTを用いて測定した単2アルカリマンガン電池の断層像を示す。測定条件は、投影数900、露光時間0.5 s、測定時間は8分程度である。電極棒やZn層、MnO $_2$ 層を明瞭に測定することができている。この高エネルギーX線マイクロCTは、古代剣の非破壊3次元イメージング等に利用されている。

### 参考文献

[1] 梅谷啓二他: SPring-8·SACLA 年報、2014年度, 68-69.

> 利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ 星野 真人、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