

BL28B2 白色X線回折

1. 概要

BL28B2は、SPring-8偏向電磁石から得られる白色X線を、結晶分光器といった光学素子を通すことなくそのまま利用できるビームラインである。その用途は、小動物生体機能イメージング、放射線治療のための基礎的研究、白色X線回折およびイメージングによる構造材料の評価、時間分解エネルギー分散型XAFSによる触媒や燃料電池材料などの化学反応過程における動的構造変化の観察、高エネルギーX線マイクロCTによる金属製試料の3次元非破壊観察など、多様な研究分野、研究対象に応用され、白色X線を用いた計測手法の開発や利用研究が展開されている。2016年度における主な活動状況は下記のとおりである。

2. エネルギー分散型回折顕微法の高性能化

BL28B2の特徴的な実験手法であるエネルギー分散型回折顕微法(EXDM)の高性能化を行った。EXDMは、多結晶体の結晶粒内における応力・ひずみの分布を評価することが可能である。本手法は、結晶粒からの回折スポットのX線エネルギーを半導体検出器(SSD)とマルチチャンネルアナライザ(MCA)で測定している。本手法の解決すべき課題の一つが、現行のMCAの信号処理能力の低さである。信号処理能力が低いと、カウントレートが高くなった時に測定したX線のエネルギー値が本来の値からシフトしてしまう。回折スポットの強度が、その回折指数によりさまざまであり、高いカウントレートの場合にはアッテネータを使い強度を下げている。これを解決するために、信号処理能力の高いデジタルシグナルプロセッシング(DSP)機能を有するMCA(テクノエーピー社

製APU101)を導入した。

図1はMCAの評価結果であり、横軸がカウントレート、縦軸がX線エネルギーのシフト量である。許容できるエネルギーのシフト量は 5×10^{-4} とした。これは、EXDM装置の幾何学的な条件から決まるエネルギーのシフト量である。従来機(MCA7700)では、25,000 cpsのときにエネルギーのシフト量が 5×10^{-4} を大きく超えた。一方で、導入したAPU101では、35,000 cpsのときにエネルギーのシフト量が 5×10^{-4} をわずかに超えており、概ね1.5倍のカウントレートまで対応できるようになった。

3. DXAFS実験の高性能化

2016年度は、DXAFS計測システムの高性能化を目的として、受光幅を拡張した可視光変換型2次元検出器の開発を行った。DXAFS計測においてEXAFS解析精度を向上させるためには、より広いエネルギー領域の測定が可能な検出器が必要であるが、現在使用している可視光変換型CCD検出器のX線受光幅によって制限を受けている。可視光変換型2次元検出器は、X線を可視光に変換する蛍光体、可視光を2次元検出器に導入するための2つの光学レンズおよび2次元検出器から構成されており、受光できるビーム幅は、2次元検出器の素子サイズと光学レンズの倍率によって決まる。一方、光学レンズの倍率と2次元検出器の画素サイズから得られる実効画素サイズは、エネルギー分解能に影響する。今回開発した検出器では、2次元検出器として素子サイズ13.3 mm、画素サイズ6.5 μm のsCMOSカメラを使用し、光学レンズの縮小率を1.7倍にすることにより、ビーム受光幅を従来の13 mmから23 mmに拡張するとともに、実効画素サイズを20 μm から11 μm にすることに成功した。図2

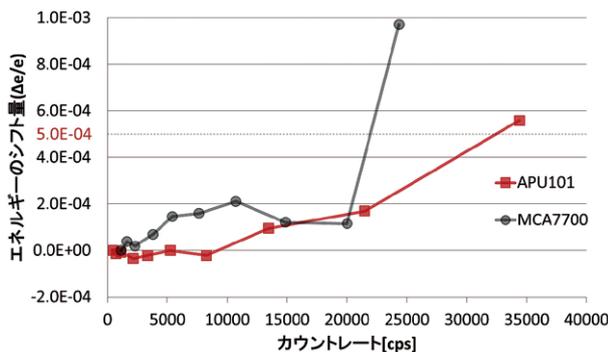


図1 MCAの評価結果 (カウントレートとエネルギーのシフト量, 従来機: MCA7700, 導入機: APU101)

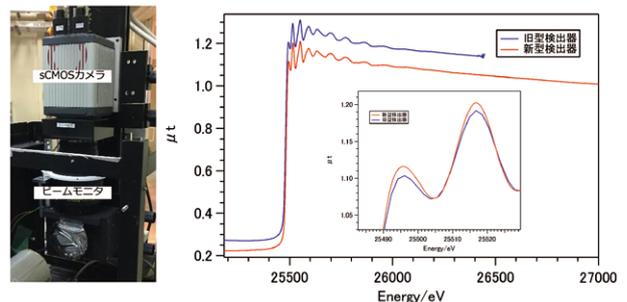


図2 開発した検出器外観(左)とAgホイルのAg K吸収端XAFSスペクトル

に開発した検出器外観およびAgホイルのAg K吸収端のXAFSスペクトルを示す。本検出器により、25 keV付近では、従来の約1.7倍の1.6 keVのエネルギー領域を計測することが可能となり、エネルギー分解能は1.2倍向上した。

4. 長尺試料X線マイクロCT測定用可搬型試料ステージの導入

白色X線に対して重金属フィルタを適用すると、白色X線の高エネルギー成分を抽出して利用することが可能である。具体的には、厚さ2 mmの鉛と、厚さ0.5 mmのタングステンを用いることにより、200 keVにピークを持った白色X線スペクトルを得ることができる^[1]。高エネルギーX線マイクロCTの測定対象は、鉄や銅といった金属を含む、あるいは構成される試料であり、中でも剣や火縄銃といった金属製文化財試料への応用利用実験が大部分を占めている。これらの試料は、長尺形状ゆえに、その全体像をスキャンするためには汎用の試料ステージでは移動ストロークが足りず、試料の取り付け直しが必要など、関心領域の測定の障害となっていた。そこで、鉛直方向で±300 mmのストロークをもつ長尺試料に対応可能なX線マイクロCT用試料ステージの導入を行った。外観写真を図3に示す。X線マイクロCT計測に必要な、並進ステージや回転、スイベルステージが搭載され、その全体が鉛直方向に±300 mm移動することが可能である。さらに、可搬型とすることにより、ハッ

チ内およびビームライン間の移動や据付を容易に行うことができる。

200 keV領域の高エネルギーX線において、実効的に利用できるビーム縦幅は、1.5 mm程度であるため、長尺試料を観察するためには、鉛直方向で試料を走査する必要がある。そのため鉛直方向ステージの移動に際しては、高い試料姿勢保持性能が要求される。実際に、長尺試料のX線マイクロCT計測を行った際の試料回転中心の変位量は、160 mmの走査量に対して標準偏差で4.8 μmであり、フルストロークをさせても1 mradを下回る姿勢変形精度が得られている。

今後は、導入した試料ステージを用いた、長尺試料に対する効率的なスキャン方法の開発を進めていく予定である。

参考文献

- [1] 梅谷啓二他：SPring-8・SACLA 年報、2015年度、63-69.

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

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

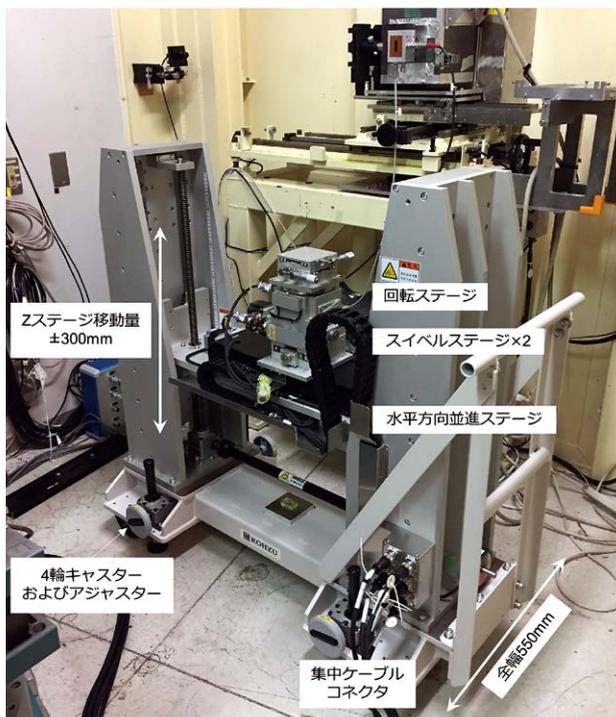


図3 ビームラインに設置した長尺試料X線マイクロCT用可搬型ステージの外観