

DEI 測定による各種材料の内部構造の非破壊観察 (BL07)

隅谷和嗣¹、米山明男²、河本正秀¹、岡島敏浩¹、平井康晴¹、田端正明³
¹九州シンクロトロン光研究センター、²株式会社日立製作所中央研究所、³佐賀大学

回折強調イメージング法(Diffraction Enhanced Imaging: DEI)は、位相イメージング法と呼ばれる X 線撮像法の 1 つで、近年注目を集め開発が進められている手法である。DEI では、試料透過後の像をアナライザー結晶を用いて分析することで、屈折によるコントラストを結像し、位相シフトを可視化する。位相シフトは吸収に比べて、特に軽元素では 3 桁以上大きいいため、吸収では明瞭な像を得ることが難しかった高分子材料や生体試料の可視化が可能になる。また、ダイナミックレンジが広いなどのメリットの他、高エネルギー X 線を利用することで大きく密な物体の内部構造を高感度に観測することが可能である。

我々は、ビームライン BL07 において DEI 測定装置を整備し、各種材料の観察を行なっている。BL07 は、光源装置として超伝導ウイグラーを用い、~35 keV までの高エネルギー X 線を利用できるビームラインである。この X 線を、Si(220)非対称反射を用いて拡大し、最大 20 mm 程度の断面積のビームを形成して試料に照射する。試料透過後のビームは Si(220)対称反射結晶を用いて屈折による角度のずれを分析し、可視化する。像は CCD 検出器を用いて撮影される。

このイメージング法を用いて、各種高分子材料などの他、佐賀県の近代産業遺産から発掘されたロープなどの内部構造観察を行っている。発表では、装置の概要、性能、およびこれらの測定結果について報告する。

(メモ)

DEI測定による各種材料の内部構造の非破壊観察

隅谷和嗣¹、米山明男²、河本正秀¹、岡島敏浩¹、平井康晴¹、田端正明³

¹九州シンクロtron光研究センター、²株式会社日立製作所中央研究所、³佐賀大学

Introduction

回折強調イメージング(Diffraction enhanced imaging: DEI)は、位相イメージングと呼ばれるイメージング法の一つで、物体を通過するX線の屈折による角度の変化を可視化する手法である。X線に対する屈折率 $n = 1 - \delta + i\beta$ において、屈折に寄与する δ の値は吸収を与える β に比べて大きく、特に軽元素では3桁ほど大きくなるため、X線の吸収量を可視化する従来のX線イメージングに比べて高感度な測定が可能になる。DEIでは、結晶アナライザを用いて屈折のコントラストを可視化することにより、高感度かつ広いダイナミックレンジを実現でき、また高エネルギーのX線を利用することで大きく、密度の高い物質の可視化が可能になる。

九州シンクロtron光研究センターでは、超電導ウイグラーを光源に用いた高エネルギーX線ビームラインBL07が2009年度より稼働している。このビームラインでは、5~35 keVのX線を利用することが可能である。本研究では、BL07に導入されたDEI測定システムを用いた一つの測定例として、九州・山口の近代産業遺産群の一つである佐賀県の三重津海軍所跡から発掘されたロープの内部構造観察について紹介する。

Experiments

三重津海軍所跡(九州・山口の近代化産業遺産群)から発掘されたロープ



<http://www.pref.saga.lg.jp/sy-contents/sekai-isan/>



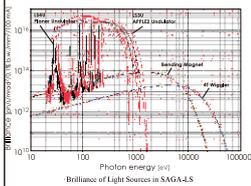
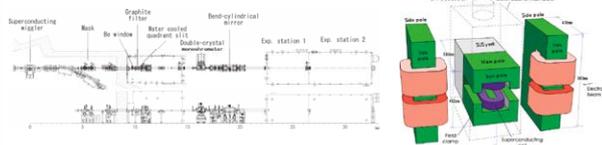
佐賀県、三重津海軍所跡

三重津海軍所跡は、日本独自の在来技術を用いた修船施設であり、日本が自力による急速な近代化を成し遂げたことを証明する要素の一つであるとの理由で、幕末から明治にかけての様々な産業遺産群「九州・山口の近代化産業遺産群」に加えられ、世界遺産暫定一覧表に追加登録された(平成21年1月)。三重津海軍所跡からは、銅製品、磁器、るつぼ、鉄滓などに加え、船舶の係留に使用されたと思われるロープが発掘された。本研究では、このロープの詳細な内部構造を観察した。

ロープの状態保存のため、常に水に浸した状態で測定を行う必要がある。このため、本研究では、ポリエチレンの袋を水で満たし、中にロープを封入して測定を行った。

Measurement condition
 ▶ X-ray energy: 24.7 keV
 ▶ Analyzer rocking: -3 ~ 3 arcsec in 0.6 arcsec step
 ▶ Exposure time: 10 sec / image

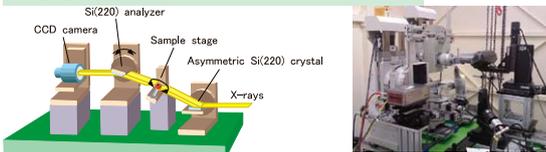
High energy X-ray beamline BL07



BL07では、超電導ウイグラーからの放射光をSi(220)二結晶分光器を用いて単色化することにより、5~35 keVの高エネルギーX線を利用することが可能である。ビームラインには高調波除去および集光のための擬似トイダルミラーも設置されており、2つある実験ハッチの任意の位置でX線を集光することができる。

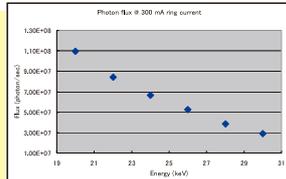
第1実験ハッチでは蛋白結晶構造解析が行われている。第2実験ハッチでは高エネルギーXAFS測定、蛍光X線分析、イメージングなど各種測定が行われている。

Equipments for DEI measurements

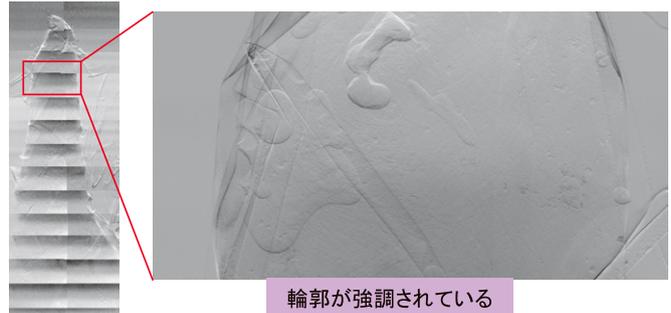


イメージング測定では、ビームラインの集光ミラーは光軸から退避させ、広い断面積の発散ビームを用いて測定を行う。モノクロメータからのX線は、Si(220)非対称結晶を用いて拡大される。試料を通過したX線はSi(220)アナライザによって屈折角が分析される。測定では、アナライザ結晶を微小角度ずつ回転させながら像を測定し、各ピクセルごとのピーク位置から角度のずれを算出する。試料は回転ステージに設置されており、回転させながら順次撮影を行うことでComputed tomography (CT)の測定が可能である。また試料ステージの組み換えにより、横、縦方向を軸とする回転や、ビームに対して傾斜した回転軸に対して回転させるラミノグラフィ測定なども可能である。

- ▶ X-ray Energy: 20 ~ 30 keV
- ▶ 非対称結晶のオフ角: 7.62 deg. (for 20 keV), 6.08 deg. (25 keV), 5.06 deg. (30 keV)
- ▶ 非対称結晶は、ビームを約10倍に拡大するよう設計されている。
- ▶ 最大ビームサイズ(拡大後): Vertical: 20 mm, Horizontal: 60 mm
- ▶ CCDカメラのピクセルサイズ: 7.4 μm □
- ▶ 画素数: 4872 x 3248 pixels

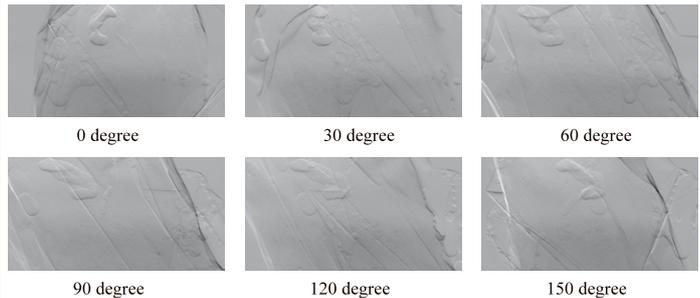


屈折角の可視化像



輪郭が強調されている

試料を回転させた撮影像

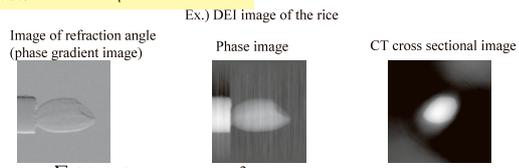


ロープの繊維、ロープ内外の気泡、ロープ表面の付着物などが明瞭に観察された。

Summary

超電導ウイグラーを光源とする高エネルギーX線ビームラインBL07において、回折強調イメージング(DEI)測定システムを構築し、これを用いて各種材料の内部構造観察を進めている。本研究では、佐賀県の三重津海軍所跡から発掘されたロープの内部構造を観察し、ロープの繊維や、ロープ内外の気泡、表面の付着物などが明瞭に観察された。

より詳細な構造観察には、Computed Tomography (CT)によりロープ内部の構造を3次元的に可視化することが求められる。本研究でこれを試みたが、試料が大きく、また軟らかい材料であるため、CT測定中に動いてしまい、3次元像を構成することができなかった。今後、試料の固定方法を再検討し、CT測定を実現したい。



$$\varphi_i(x, y) = \frac{\sum_j I_j(x, y, \theta_j)}{\sum_j I(x, y, \theta_j)}$$

$$\Phi(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} \int \varphi_i(x, y) dx$$