

実習 小角散乱 ビームライン：BL40XU

(財)高輝度光科学研究センター 岡俊彦

1) はじめに

物体に X 線を照射すると、物体内部の電子密度を反映して X 線が散乱されます。このうち物質を通過した X 線の近傍つまり小角領域に現れる散乱・回折を総称して小角散乱といいます。この手法は長周期構造や低分解能構造などを調べるのに用いられ、溶液中での蛋白質の変性や機能発現過程での構造変化の研究や、筋肉の力を発生する過程での構造変化の研究、生体繊維物質の構造の研究、合成高分子などの研究に用いられています。今回は BL40XU において光学系の調整・真空パス・検出器の設置など測定系の立ち上げから始め、ピンホールを用いて直径 5 μm の X 線を作成し、微小領域小角散乱実験を行います。試料には髪の毛を用います。

2) 物質による X 線の小角散乱

小角散乱の原理は通常の回折・散乱と同じです。いま 2 電子系を考えます。X 線の入射方向のベクトルを S_0 、散乱方向のベクトルを S_1 とします。ただし $|S_0|=|S_1|=1/\lambda$ です。散乱ベクトル $S=S_1-S_0$ 、 $|S|=2\sin \theta/\lambda$ として、光路差が $r \cdot S_1 - r \cdot S_0 = r \cdot S$ なので、2 電子からの X 線の振幅は

$$F(S) = \exp[2\pi i r \cdot S]$$

になります。多電子系の場合はこの振幅を重ね合わせたものが実際に観測される波の振幅となります。真空中でのその物質の電子密度を $\rho(r)$ とすると、その物体の散乱振幅は

$$F(S) = \int \rho(r) \exp[2\pi i r \cdot S] d^3r$$

となります。

実際の系を考えると測定対象の形状とともに周りの部分とどの程度の電子密度差を持っているかが重要となります。たとえば水にとけている蛋白質などでは、水の電子密度を ρ_0 、蛋白質の電子密度を ρ_1 とすると、低分解能では水は電子密度均一と考えて無視ができ、蛋白質のみが $(\rho_1 - \rho_0)$ の電子密度で存在すると考えることができます。

X 線小角散乱で標準試料としてよく用いられる繊維状の物質コラーゲンを考えてみます。コラーゲンは動物の結合組織を構成する主要なたんぱく質成分です。繊維状

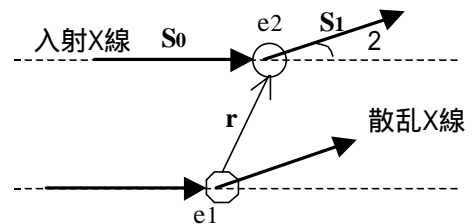


図1 2電子系での散乱

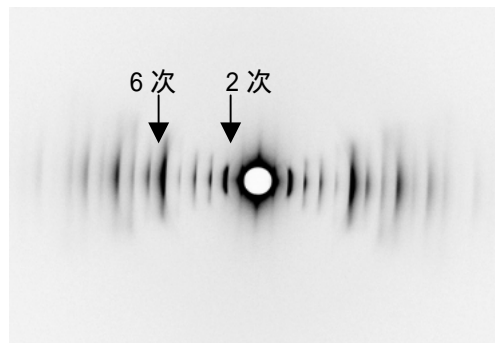


図2 コラーゲンの X 線回折像

のコーゲンに X 線をあてると図 2 のような回折像が小角領域に観測されます。図 2 はコーゲンを水平に置き X 線を横方向から試料に対して垂直にあてて記録したものです。中心の白くなっている部分はビームストップの影です。コーゲンが周期的構造をとっているために、散乱波の干渉によってこのような回折が観測されます。この回折像のピーク位置からコーゲンの周期長が直接分かります。コーゲンの簡単なモデルとして図 3 のような 1 次元に散乱体が

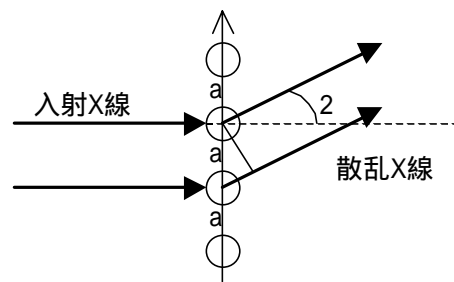


図 3 1次元系からの散乱

が間隔 a で並んだ系を考えます。入射 X 線と散乱体で作る面内で散乱 X 線が強めあう条件は

$$a \cdot \sin 2\theta = n \quad (n \text{ は整数})$$

となります。小角近似を用いると

$$a \cdot 2\theta = n \quad (n \text{ は整数})$$

となります。この式から周期長 a は簡単にもとまります。実際にはコーゲンは円柱に電子密度の粗密が周期的に存在するような構造を持っているので、より精密なモデルと強度の分布から電子密度分布を推定することができます。

3) BL40XU

BL40XU は非常に強い X 線を得るために作られたビームラインです。大きな特徴は、挿入光源にヘリカルアンジュレーターを用いていること、モノクロメーターを設置していないことにあります。ヘリカルアンジュレーターからは一次光として 7.6KeV から 16.5KeV の X 線が出ます。この挿入光源からの放射光は放射軸上では一次光

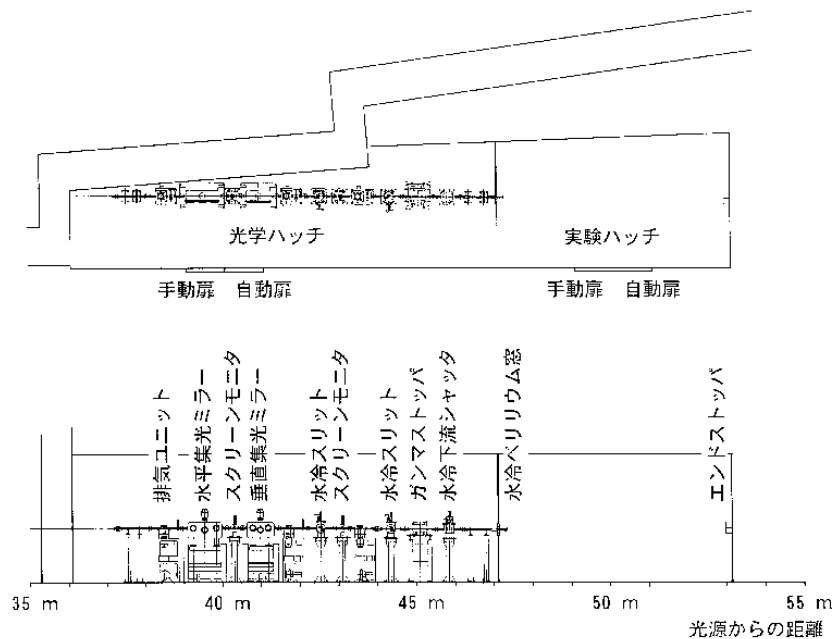


図 4 BL40XU ハッチレイアウト

のみが強く観察され、高調波は軸外に円錐状に放射されるという特徴があり、そのためフロントエンドスリットで放射軸付近のみに光を制限すれば、一次光のみを光学ハッチに通して、準単色（もしくは準白色）として利用できます。この光を 2 枚の全反射ミラーにより高調波をさらに除去した上で集光します。ミラーをはねてきた光が、2 組のスリットにより整形されたのち、実験ハッチに導かれます。

モノクロメーターを用いないことにより、得られる X 線のエネルギースペクトルは 12.4KeV のとき半値で 1.8%程度の広がりを持ちます(図 5)。また図 5 から高調波が除去できていることが分かります。実験ハッチでの X 線光子数は 12.4KeV で 1 秒あたり 10^{15} 個に達します。この値は、モノクロメーターを用いて単色化した場合より 2~3 桁程度強いものとなっています。ビームサイズはミラーにより集光した場合、垂直 25 μm 、水平 200 μm 程度です。フロントエンドスリットを全開にした場合、エネルギー分解能は 5% 程度とさらに悪くなりますが、より強い X 線が得られます。

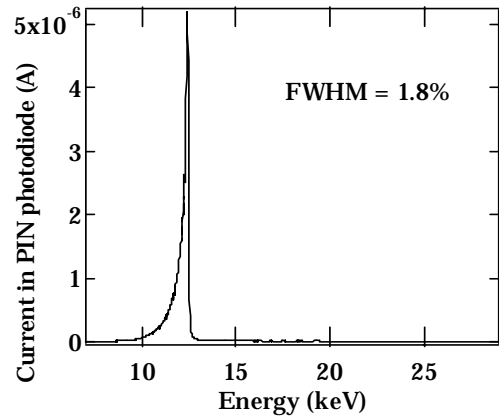


図 5 得られる X 線のエネルギー分布 (12.6KeV のとき)

BL40XU の X 線は強度が強いというメリットがある反面、エネルギー分解能は悪くなっています。このため測定法によってはデータの分解能も悪くなることがありますが、時分割測定など強度を特に必要とする実験に向いています。

4) マイクロビーム小角散乱測定装置

X 線を数 μm もしくはそれ以下の大きさにする技術開発が多くの研究者により行われています。マイクロビームは試料の微小領域からの回折・散乱・蛍光などを測定するために不可欠な技術です。今回はピンホールを用いて X 線マイクロビームを作成し、試料の微小領域からの小角散乱を測定する実験を行います。

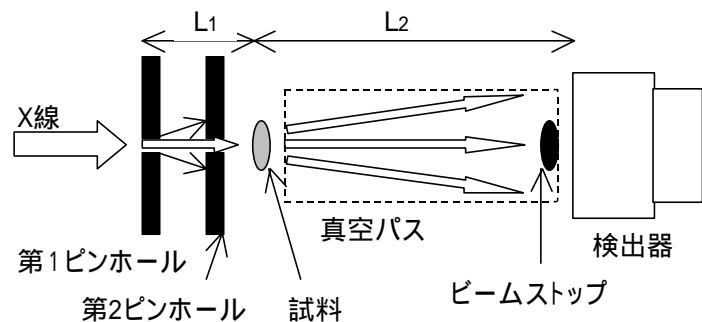


図6 マイクロビーム小角散乱測定装置のレイアウト

BL40XU では集光時のビームサイズは垂直 25 μm 、水平 200 μm 程度、12.4KeV の光子数は 1 秒あたり 10^{15} 個です。5 μm のピンホールを使用したとき通過してくる X 線はだいたい 5×10^{12} 個程度と予想されて、十分な強度での小角散乱測定が可能となります。

図 6 に測定装置のレイアウトを示します。左側から入射してくる X 線が第 1 ピンホールによって一部分のみ通過します。通過するさいに発生する散乱を、第 1 ピンホールよりも大きい穴の第 2 ピンホールで取り除きます。作成されたマイクロビームを試料に照射し、試料からの小角散乱を検出器で記録します。試料から検出器直前までは X 線の空気散乱を抑えるために真空中に置かれています。また散乱されずに来る直接 X 線が検出器に入るのを避けるために真空パスの出口にビームストップが置かれています。通常第 1 ピンホールから試料までの距離 L_1 は 10cm 程度、試料から検出器までの距離(カメラ長)は 0.4~3m です。また第 1 ピンホールの直径は 5 μm のものを用い、第 2 ピンホールには 100 μm もしくは 200 μm のものを用います。ビームストップは 4~8mm 程度のものを持ちます。検出器は

浜松ホトニクス社製のX線イメージンテンシファイアと冷却 CCD カメラを用います。

ビームストップの直径を $2D_1$ 、検出器の有効面の直径を $2D_2$ 、カメラ長を L_2 とし、ビームストップは検出器直前にあるとすると、観測可能な散乱角 2θ は

$$D_1/L_2 < 2\theta < D_2/L_2 \quad (\text{単位: rad})$$

となる。試料からのどの領域に現れる小角散乱を観測したいかによって、ビームストップのサイズとカメラ長を変更します。いま小角近似を用いて $S=2\sin$

$\theta \sim 2\theta$ より、観測可能な S の領域は

$$D_1/L_2 / \lambda < S < D_2/L_2 / \lambda \quad (\lambda^{-1})$$

となります。波長を 1 \AA 、カメラ長を 3m 、ビームストップのサイズを 6mm 、検出器の有効径を 150mm とすると、 $0.001 \sim 0.025 (\text{\AA}^{-1})$ となります。

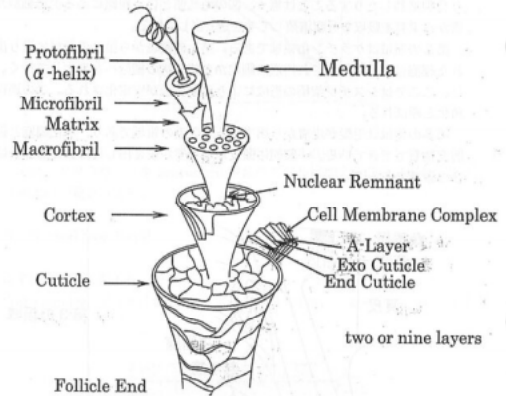


図7 髪の毛の構造

4) 髪の毛のマイクロビーム小角散乱測定

今回のマイクロビーム小角散乱実験の試料には髪の毛を用います。髪の毛の太さは $100\text{ }\mu\text{m}$ 程度で、内部構造は中心部に空気を含む直径 $5 \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ の Medulla、そ

の外側に髪の毛の大部分を占める Cortex、一番外側に小さいうろこが重なったような厚さ $5\text{ }\mu\text{m}$ の Cuticle、という三つの部分からなります。このうち Medulla はないこともあります。髪の毛の主成分はケラチンという繊維状の蛋白質です。この髪の毛に対して外側からマイクロX線を順次照射していき、回折像の変化を観測します。

Cortex 中には、アミノ酸により形成された α -ヘリックスが、二つでらせん構造を作り ケラチンを (Microfibril) 構成し、ケラチンがさらに繊維束 (Macrofibril) を形成し、さらに大規模な構造を形成しています。このため髪の毛は長い方向には引っ張り強度も強いのですが、裂けやすいという特性をもちます。Cortex にマイクロX線を照射するとそれらの構造に由来する散乱が観測されます。

Cuticle にはうろこ状のものが多数張り付いた形をしています。厚さ方向にはこのうろこが 10 から 20 枚程度積み重なっている。うろこの間には脂質を含むうろこを接着する層が存在します。この層は CMC 層とよばれ脂質-蛋白質-脂質という三層からなります。Cuticle にマイクロX線を照射すると、この層の構造に由来する散乱が観測されます。

この髪の毛の部分を試料や条件を変えて測定し、マイクロビーム小角散乱測定の実習を行います。

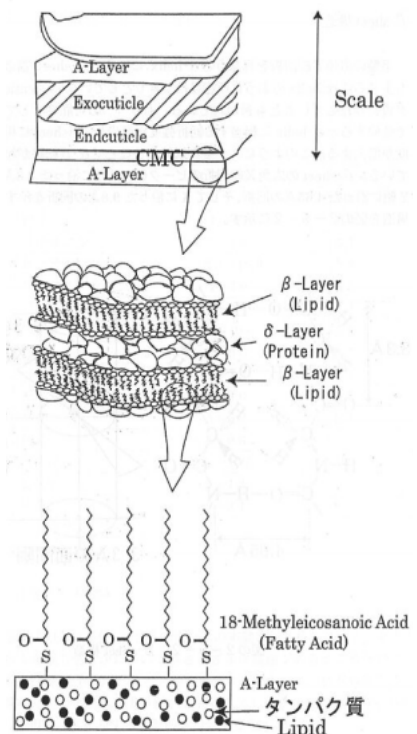


図8 CuticleのCMC層の構造