

## BL40XU 高フラックス

本ビームラインはヘリカルアンジュレータを光源とし、分光器を使用せずに2枚の全反射ミラーでビームを集光することにより、擬似単色の高輝度X線ビームを使用できるビームラインである。このビーム特性を活かして、回折、散乱、XAFS、イメージングなど、多様な利用実験が行われている。本ビームラインには共同利用実験に供されている実験ハッチ1と、CREST研究プロジェクトにより建設された実験ハッチ2がある。

### 1. 実験ハッチ1

実験ハッチ1では、2009年度に引き続き非結晶試料の時分割X線回折、XPCS (X-ray Photon Correlation Spectroscopy)、1分子計測、Quick-XAFS、マイクロビーム回折実験等が行われている。これらの実験の多くでは高時間分解能を持ったX線検出器を必要とするが、X線を可視光に変換して検出するタイプの検出器では、可視光への変換に使用する蛍光体の残光が時間分解能を決めることが多い。そこで、現在得られる最高速のCMOSカメラを用いて、高速(低残光)蛍光体としてよく使用されているP46 (YAG:Ce)の蛍光寿命を評価した。

図1は、蓄積リングの運転モードがDモードのときに、フォトロン社製高速CMOSカメラ (SA5) で観察したP46蛍光体の発光強度である。CMOSカメラの画素数を64×8ピクセルに制限することにより、1フレーム768 nsを達成している。縦軸は、CMOSカメラで観察したビーム全体の積分強度である。Dモードにおいては蓄積リング一周の1/7に電子が詰め込まれており、それ以外に5つの孤立したシングルパンチがある。この電子の配置をもとにシミュレーションを行った結果、図1の赤線のように、P46の蛍光が60 nsの時定数で指数関数的に減衰すると仮定すれば実験結果を説明できることが示された<sup>[1]</sup>。

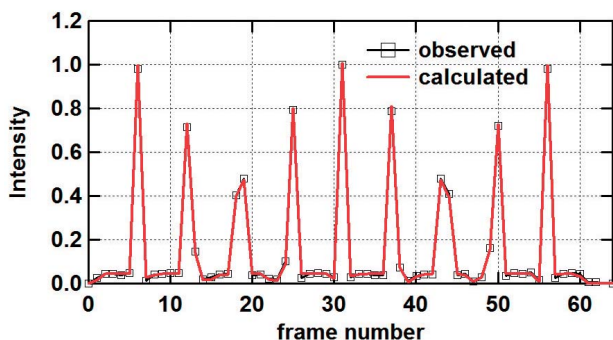


図1 高速CMOSで測定したBL40XUにおけるX線ビームの強度変化。1フレームは768 nsである。

このようにP46は高速時分割実験に必要な低残光性蛍光体であり、高速CMOSカメラとの組み合わせによってマイクロ秒レベルまでの連続時分割X線回折・散乱実験が可能であることが明らかとなった。このような実験の例として2010年度に報告されているものとして、カエル骨格筋の単収縮(1回の電気刺激パルスによって引き起こされる収縮)時の2次元X線回折像と筋肉細胞内カルシウム濃度の変化の時間経過を同一試料について測定した実験がある<sup>[2]</sup>。筋収縮の際、神経刺激によって細胞内に放出されたカルシウムイオンがカルシウム受容タンパクであるトロポニンに結合すると、筋収縮タンパクの抑制が外れて収縮が開始する。この研究ではカルシウム濃度変化とトロポニンの構造変化の関係が初めて明らかにされた。この論文は検出器として高速型CMOSカメラを使用した初めての論文であり、P46を蛍光体として使用したイメージンテンシファイヤと組み合わせて、1 msの時間分解能と1024×1024ピクセルの空間分解能を同時に達成している。また細胞内カルシウム濃度は筋細胞にカルシウム感受性蛍光色素 (fluo-3) をロードし、蛍光実体顕微鏡で観察することにより測定された。

### 2. 実験ハッチ2

実験ハッチ2では、2009年度までCREST研究プロジェクトによるサブマイクロサイズの集光X線とピコ秒時間分解能での時間分解測定を可能にするピンポイント構造計測装置の開発が行われてきた。

2010年度からは開発された装置や技術を利用し、新規光ストレージ開発を目指した長期利用課題(次世代光ストレージ開発のための相変化微粒子材料のピンポイント構造計測: 実験責任者 山田 昇 (パナソニック株式会社))がスタートしている。

この研究の背景には、デジタルネットワーク社会の進展とともに日々拡大再生産される膨大なデータによるストレージシステム破綻の危機がある。現状、大容量ストレージの主流となっているハードディスクドライブは長期保存性への課題や、消費電力増大による環境への影響が懸念されている。それに対し、光誘起による物質の可逆的構造変化現象を利用した光ストレージ(相変化光記録)は、データ保持に電力が不要であり、100年にもおよぶ保存寿命と高いデータ堅牢性を有する等、エコ時代、グリーン時代に適する理想的ストレージとしての期待が大きい。しかしながら、従来技術の単なる延長では、光の回折限界がネックとなって、さらなる大容量化は難しいと考えられていた。こ

の問題を解決するために開発が進められているプラズモニック近接場光とナノ相変化微粒子の相互作用を応用した次世代光ストレージは、従来よりもスケールジャンプした大容量化が実現できると期待されている。

本長期利用課題では、2009年度まで行われていたCREST研究プロジェクトによる空間分解能サブ100 nmでの計測より小さな領域、すなわち5~20 nm径に孤立させた相変化微粒子に放射光パルスとレーザー光を照射し、そこから得られる回折線スペクトラム、反射光強度変化を解析することにより、ナノ相変化粒子の相変化過程を調べ、次世代光ストレージ開発の促進を目標としている。

2010年度の研究では「相変化材料のナノ微粒子化による結晶構造変化の有無」についての知見を得るため、微粒子化された相変化材料の結晶性についてピンポイント構造計測装置を利用して評価した。

測定には、熱酸化シリコン基板に相変化薄膜を成膜した後、ネガ型レジストをスピコートし、電子ビーム露光装置にてナノドットパターンを露光して現像し、リアクティブ・イオンエッチング装置によりエッチングするという微細加工プロセスにより各種サイズの微粒子相変化構造試料を用意した(図2)。

ピンポイント構造計測による集光X線を利用した回折測定の結果、初期の微細加工プロセスでは微粒子サイズが小さくなると結晶性が著しく劣化していることが分かった。その後、微細加工プロセスを改善し、再度回折測定を行ったところ、20 nmのドットサイズでも良好な結晶性を示す微粒子相変化構造の加工に成功していることが確認された(図3)。

2010年度は静的な状態での回折測定を行ったが、2011年度は微細ドットの光相変化過程の時間分解回折測定を行う予定である。

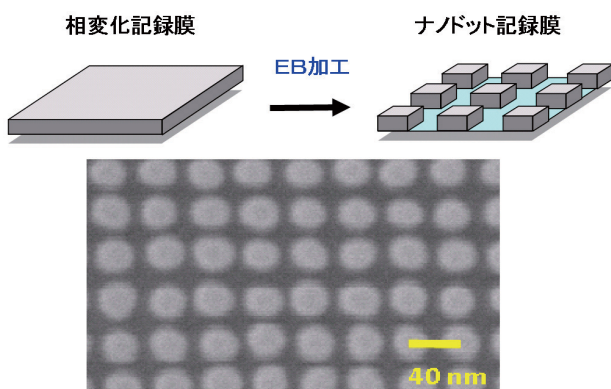


図2 EB加工による20 nm相変化ナノドットの形成(上)とドットパターンのSEM写真(下)

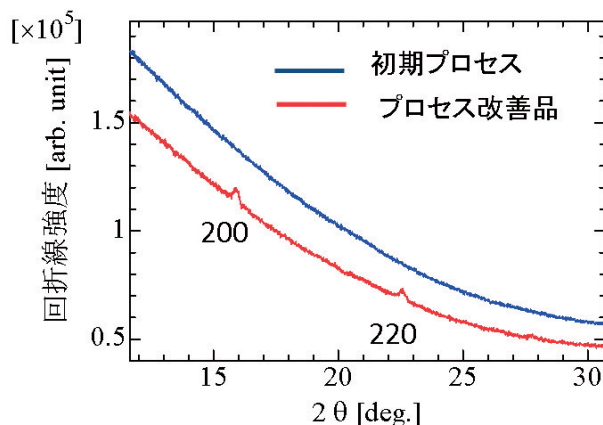


図3 20 nmドットパターンからの回折パターン

参考文献

- [1] T. Matsuo and Yagi : N. J. Synchrotron Rad., **18** (2011) 601-604.
- [2] T. Matsuo. et al.: Biophys. J., **99** (2010) 193-200.

利用研究促進部門

バイオ・ソフトマテリアルグループ

八木 直人、岩本 裕之

太田 昇

ナノテクノロジー利用研究推進グループ

安田 伸広