

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、2012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、マイクロビーム回折実験等が行われている。今回はマイクロビームを用いて単繊維のX線回折実験を行う際に有用な繊維試料自動測定装置の開発を行ったので解説する。

本ビームラインでは5ミクロン程度の準単色マイクロビームを容易に使用できるため、単繊維X線回折実験が可能である。繊維回折実験においては、製法や材質の異なる多くの試料を測定する必要が生じる場合がある。そのような実験に備えて、多数の繊維を自動測定するシステムを開発した。本開発にはインハウス課題2012A1841のビームタイムを使用した。

試料の繊維は専用ホルダーにあらかじめ粘着テープなどで垂直に貼り付けておく(図1)。実験時にはホルダーをビームライン実験装置のX-Z自動ステージに載せ、顕微鏡で測定場所を確認する。これは繊維試料の多くが湾曲しており、目視による位置の確認が必要なためである。各繊維の両側の座標を測り、それをプログラムに読み込むことで、測定する繊維の場所を指定する。縦方向の場所を変えて指定することによって、一本の繊維について、繊維軸方向に複数の箇所でも測定を行うことも可能である。繊維横断方向の測定間隔をあらかじめ与えておき、測定開始後は計測ソフトウェアが各繊維を水平方向に与えた距離ずつ動かし、各点で回折像を自動的に記録する。

現在使用可能なホルダーでは、最高13本までを装着できるが、専用のホルダーを作るか、または繊維を貼り付ける間隔を狭くすることで、数10本の繊維を一度に自動測定することも可能である。

一般に繊維回折では小角散乱をX線イメージンテンシファイアで記録することが多いが、フラットパネル検出器を使用することにより、広角反射を同時に測定することも可能となっている。これにより、マイクロフィブリル構造と、それを構成する高分子繊維の配列等の関係を検討することができる。

このシステムは毛髪や歯エナメル質で既に使用実績があり、データベース構築を必要とするような系統的な材料評価に応用が期待される。

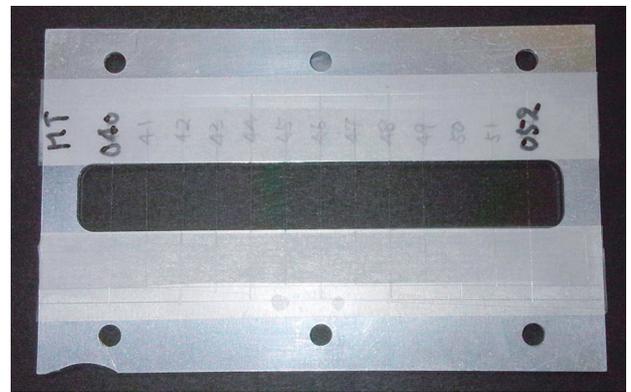


図1 繊維測定用ホルダー (試料間距離 = 5 mm)

また、本ビームラインでは仏Xenocs社製スキャッタレススリットが導入されており、これにより特に小角散乱実験を行う際に問題となるスリットエッジからの寄生散乱を大幅に抑えることが可能になった。特にピンホールを用いたマイクロビーム回折実験ではピンホールの加工精度に依存してピンホール内壁から生じる寄生散乱を完全に取り除くのが困難だが、図2に示すとおり、ピンホールとスキャッタレススリットを組み合わせることにより、マイクロビーム回折実験でも小角領域の寄生散乱を大幅に減らすことが可能である。

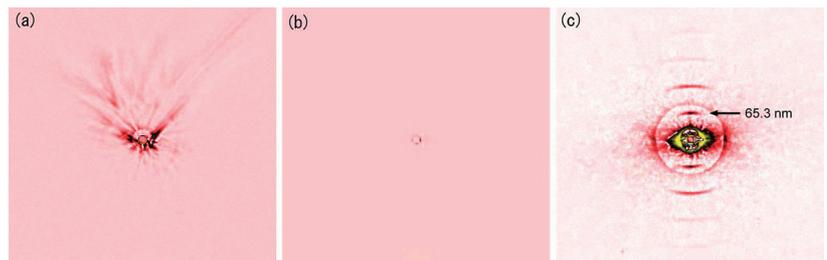


図2 記録された散乱。(a)ピンホール2枚のみ、(b)ピンホール2枚+スキャッタレススリット、(c)bの光学系を使用して記録されたコラーゲンの回折像。コラーゲンの1次反射(65.3 nm)がビームストップより遥かに離れた位置に記録されている。

2. 実験ハッチ2

実験ハッチ2では、これまで行われてきた集光X線を利用した時間分解測定や微小単結晶構造解析の他に、次世代エンジンの燃料噴射ノズルの開発のため、燃料噴射時の噴霧形成過程をX線吸収コントラストによって観察する実験が行われた。

燃料噴射は圧力をかけた状態で一気に燃料を噴射するため、噴射スピードは非常に速く、また、噴霧パターンは毎回微妙に異なるため、ポンププローブ測定のように繰り返して計測を行うことは不可能である。したがって、毎回1度きりの噴霧形状をシングルバンチのX線1発だけで取得しなければならない。検出器側には十分な時間分解能がないため、任意のタイミングでX線パルス1発だけを取り出すことができるシングルショット制御システムを開発した。

図3にシングルショット制御システムの概要を示す。実験ハッチ2にはピコ秒分解能で時間分解測定を行うためのX線パルスセクター (X-ray Pulse selector : XPS) が設置しており、蓄積リングのRF信号と同期して100～1000 Hz程度のX線パルスを利用できる。このXPSを実験ハッチ1に移動し、さらに高速シャッターとこれらの制御回路などを追加してシングルショットを取り出すことにした。測定開始のトリガー信号が制御回路に入力されると指定のタイミングでRF信号と同期したXPSからの信号を透過させるとともに高速シャッターを制御するための信号を出力する。XPSからの信号はRF信号と完全に同期しているため、この信号をトリガーとして燃料噴射装置の噴射タイミングを制御することで燃料噴射後の任意時間経過した状態の噴霧形状を測定可能となる。XPSの下流には2台の高速シャッターを設置し、シャッターの開閉タイミングを制御してX線1パルスだけを通過させる仕組みになっている。

制御回路は、複数の入出力信号のタイミングを制御して処理する必要があり、専用装置の組み合わせによる制御では回路が煩雑になる。そこで、今回はマイコンボードを使用してソフトウェア上での処理を行うことにした。利用したマイコンボードは16 MHz駆動のArduino UNO (アルドゥイーノ ウノ) であり、非常に安価である上に必要な環境が無償で提供されている。専用装置と比較するとジッターや動作スピードは若干劣るものの、数ミリ秒間隔のX線パルス进行处理するには十分な性能を持っている。

図4はH-mode (11/29-filling + 1 bunch) のシングルバンチからのシングルショットを高速シャッター2の下流に設置したAPDで計測したものである。XPSの透過信号から約12.5 ms後のパルスが取り出せており、前後のパルスがないことが確認できる。また、このシステムによる時間的な噴霧形成過程の他に空間的な燃料拡散過程も観察するため、このシステムと燃料噴射装置用のXZステージ

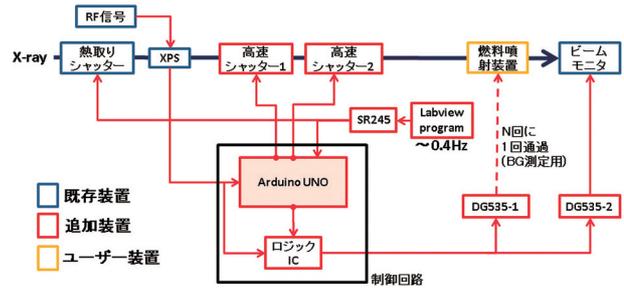


図3 シングルショット制御システムの概要図

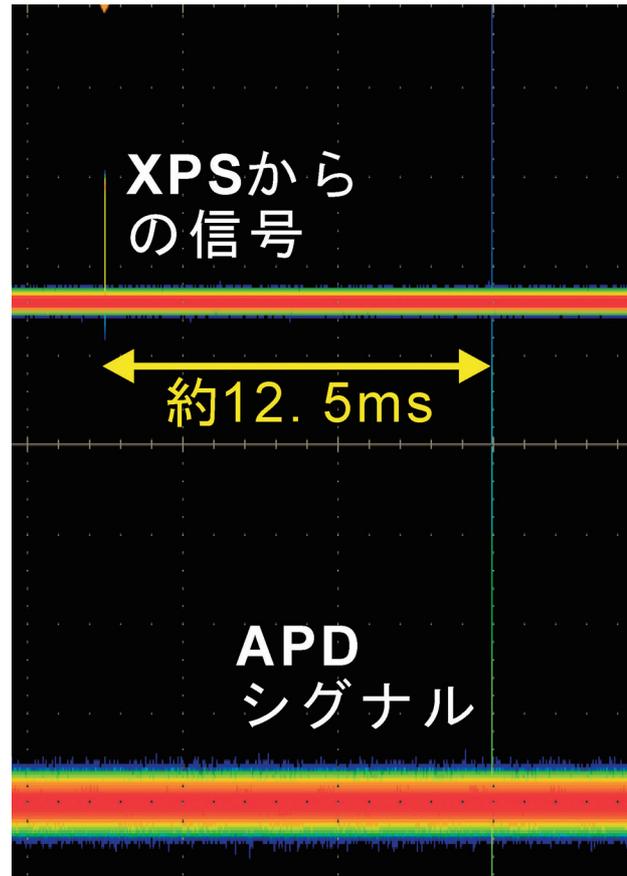


図4 APDによるシングルショットのモニタリング

を連動させ、自動で測定位置と時間を変えながら測定するプログラムも開発した。一方で、ビームモニタで使用するCCDカメラの動作に1ショットあたり3秒程度かかることが測定時間を律速しているため、より高速動作が可能なカメラを使用することにより、測定時間の短縮を図る予定である。

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、青山 光輝、岩本 裕之
ナノテクノロジー利用研究推進グループ

安田 伸広