

BL28B2 白色X線回折

1. はじめに

白色X線回折ビームラインBL28B2は白色放射光の汎用的な利用を目的として建設され、白色トポグラフィを主とした研究がなされてきた。2001年度には、第2光学ハッチにおいてバックグラウンドを軽減させることを目的とした共通架台の整備や高速シャッターの改良などが行われた。また、高温・高圧の極限状態における物質の構造や物性を研究することを目的として、新たに第3光学ハッチが増設された。本稿では、実験ステーションの整備状況と第3光学ハッチ内に設置された装置の概要と実験の現状を報告する。

2. 第2光学ハッチ

2.1 共通架台の整備

ユーザー実験が行われる第2光学ハッチ内の機器は、それぞれが耐荷重の小さな架台に設置され、バックグラウンドを軽減するための遮蔽を施すことが困難な状況にあった。これを解消するため、2001年8月に十分な耐荷重をもった共通架台を制作し、アブソーバー、水フィルター、高速シャッター、光学素子用チェンバーをこの架台に設置した。共通架台にはキャスターが取り付けられ、ハッチの外へ搬出することも可能である。また、高速シャッターの開口が10mmしかないため、これより大きなビームサイズを使えないという問題も解決した。高速シャッター全体を上下に駆動できるようにし、高速シャッターを使わない時には、ビームから退避できるようにした。更に高速シャッターを厚さ5mmの鉛を内張りしたチェンバー内に設置することによりシャッターによる散乱を抑えるようにした。

2.2 高速シャッターの改造

既存の高速シャッターを連続撮影できるように改造を行った。改造前は高速シャッターの最短露出時間は1 msecであったが撮影の間隔が数秒必要であった。改造後は最高3 Hzで連続撮影が可能になった。白色X線を試料に照射したときに観察されるラウエスポットのトポグラフィ像を同時に観察するためには、現在のところ高速シャッターと大面積かつ高分解能の二次元検出器（フィルムや原子核乾板、イメージングプレート）による検出システムが不可欠である。フィルムの自動送りと今回の改造した高速シャッターの連続撮影により、多数のスポットを同時にかつ連続して観察することが可能である。

2.3 ベリリウム窓の交換

有機結晶のトポグラフィ観察を行っているユーザから、回折スポットの中に回折ベクトルと平行な筋状のコントラストが見られるとの報告があった。これを受けて、2001年9月に入射光強度を調べたところ強度に斑があることが分かった。入射光の強度斑が筋状コントラストの原因であると考えられる。その後の調査により光軸中にある3枚のベリリウム(Be)窓、特にフロントエンド(FE)にある2枚のBe窓の屈折コントラストが入射光の強度斑を引き起こしていることが分かった。FEグループによって2枚のBe窓が高純度・高面粗度の物と交換された。その後、入射光の直接評価、有機結晶および標準試料のトポグラフィ像による評価を行った。入射光およびいくつかの試料ではトポグラフィ像の質が向上したが(図1参照)全ての試料において筋が観察されなくなったわけではなかった。現在はディフューザを用いて屈折像の影響を弱くしている。

3. 第3光学ハッチ

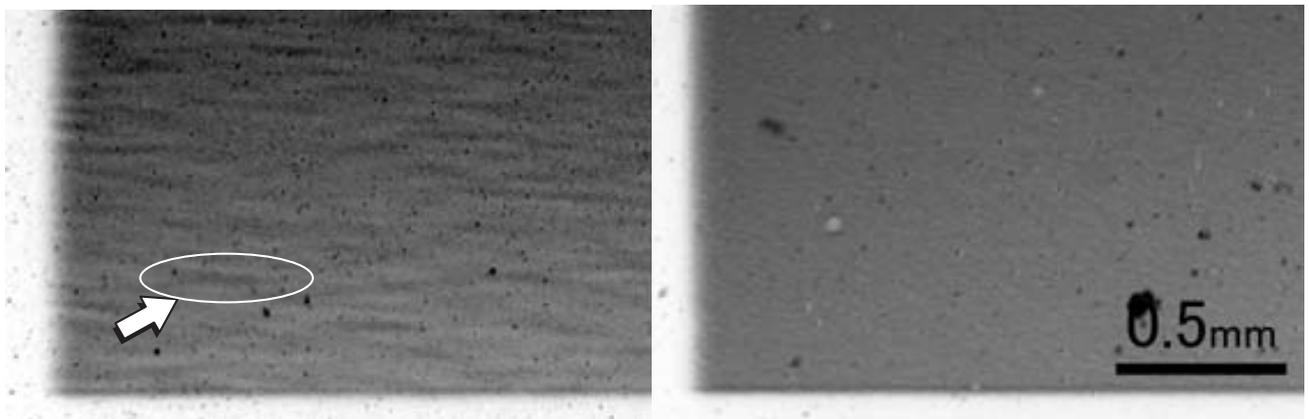


図1 入射光の強度斑 (a) 交換前、(b) 交換後

第3光学ハッチは、高温・高圧の極限状態下における物質の構造や物性を研究することを目的としてBL28B2に増設された。2001年12月にハッチ建設が終了し、2002年5月から供用が開始された。また本ハッチでは、反応過程・機能発現過程にある物質の局所構造変化を調べることを目的として、時分割測定が可能なエネルギー分散型 XAFS 測定装置の開発が行われている。現在、高温高圧実験とエネルギー分散型時分割 XAFS 実験が可能となっている。

3.1 回折計

図2に装置側面図を、表1に各軸の名称および仕様を示す。回折計は、検出器用の2ゴニオメーターと、試料位置調整用の並進XYステージ、昇降Zステージ、水平回転ゴニオメーターから構成され、全体の高さ調整架台に設置されている。2ゴニオメーターにはアリ溝レールが設置されており、レール上の検出器や受光スリットの移動により、試料からの距離を任意に、かつ再現性良く選択可能である。

表1 回折計の各軸の名称と仕様

名称	最小移動量	可動範囲
試料位置調整部		
水平ゴニオメーター	0.004°	±155°以上
昇降Zステージ	0.2 μm	±10mm以上
並進XYステージ	2 μm	±50mm以上
検出器部		
2ゴニオメーター	0.0004°	-40° ~ 120°
高さ調整架台部		
昇降Zステージ	0.186 μm	-5mm ~ 35mm

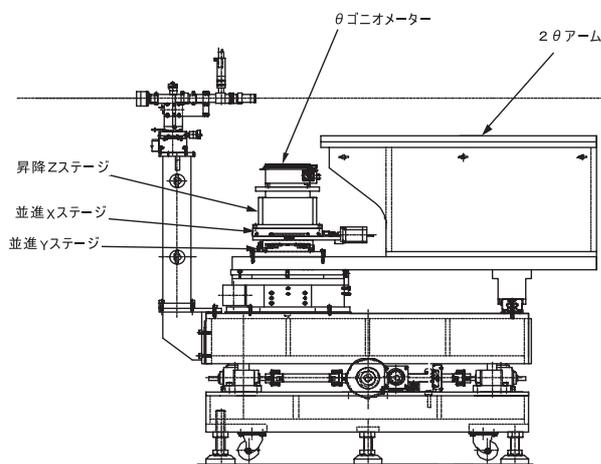


図2 回折計の側面図

3.2 高温高圧実験

高温高圧実験用に、これまでBL04B1で使用されていた高圧装置が2002年2月に移設された。測定系は、上流から入射スリット(水平, 垂直) 高圧ガス容器、受光スリット(水平, 垂直) Ge-SSD から構成される。入射および受光スリット幅は0.1~1.0mm 幅の差込みスリットを交換することにより調整する。また、高圧ガス容器はゴニオメーターに、受光スリットおよび Ge-SSD は2ゴニオメーター上のアームに設置されている。高圧ガス容器には、X線を透過させる為の Be 窓が入射側に1カ所、受光側に7カ所(2θ = 4.7, 11.5, 20, 25, 33°) 設けられている。実験試料は、あらかじめその回折線が検出器に入らないよう方位決定された単結晶サファイア製の特殊セルに封入され、高圧ガス容器内に設置された内熱型のヒーターによって試料を高温高圧状態にする。このシステムにより最大2000bar, 1650 °Cまでの測定が可能である。

これまでに、標準状態の液体水銀に関して図3のようなX線回折スペクトルが得られている。さらに2002年6月のビームタイムでは超臨界領域の流体水銀についても1530 °C, 1900bar までの範囲でいくつかの温度圧力点の測定を行い、装置移設作業および回折計調整作業は完了した。

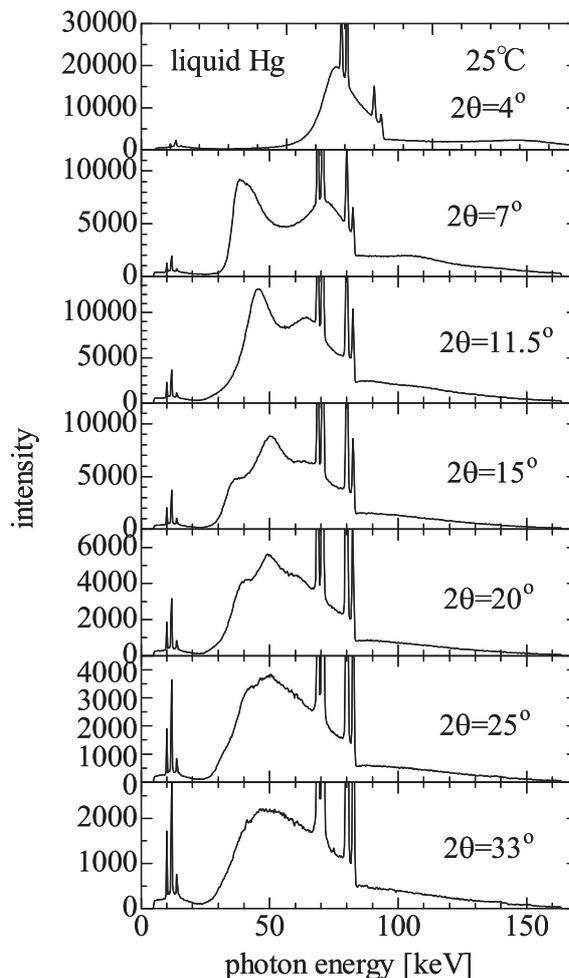


図3 液体水銀のX線回折スペクトル

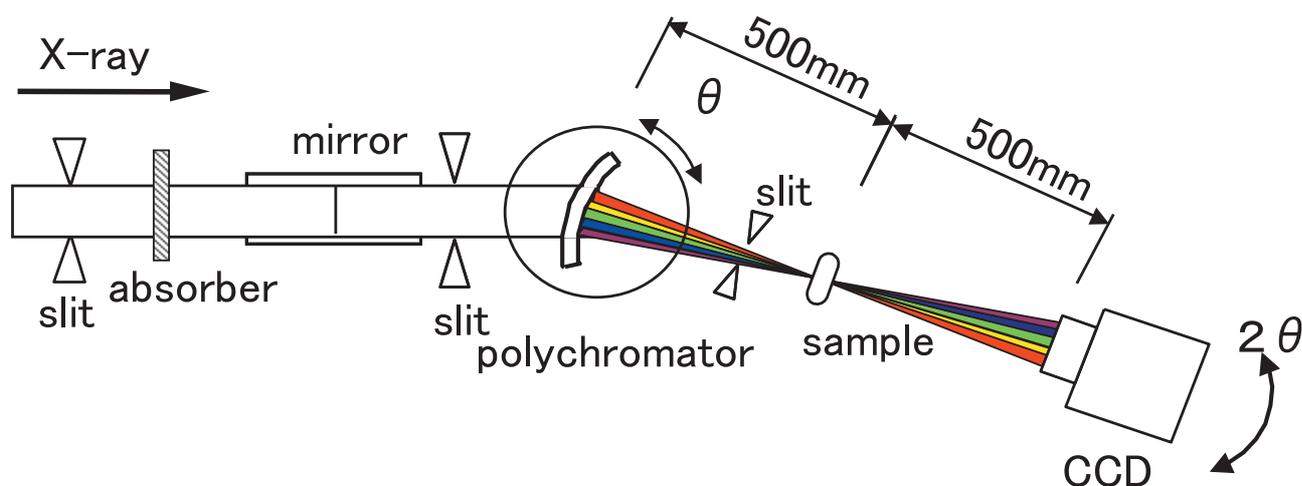


図4 エネルギー分散型 XAFS 測定装置図 (Laue 配置、上面図)

3.3 エネルギー分散型時分割 XAFS 実験

第3光学ハッチにおいて、高エネルギー領域まで、高いエネルギー分解能で時分割 XAFS 測定を行うことを目標としてエネルギー分散型 XAFS 測定装置の整備が進められている。図4に本装置の配置図を示す。測定方法の原理を簡単に述べる。偏向電磁石光源からの白色光を、所定の曲率に湾曲させた結晶で分光・集光する。湾曲結晶で分光された X 線は入射角の違いに依存したエネルギー分散を持つので、下流に設置された検出器に入射する X 線のエネルギー分散が検出器上で位置分散に置き換えられて計測されることになる。分光器と、試料及び検出器は回折計で位置制御される。試料は集光点に設置される。分光器の上流には、測定に不要な低エネルギー X 線の除去のためのアブソーバー、高調波成分を除去するためのミラー、及び散乱光除去用のスリットが設置されている。

現状用いている分光結晶は、表面：Si(111)、サイズ：900w × 20h × 0.2mm t である。低エネルギー領域 (5-12keV) においては、Si(111) Bragg 配置で使用する。12keV 以上の高エネルギーにおいては、X 線の侵入深さの増大によるエネルギー分解能の低下に対処するために Laue 配置 (結晶面 Si(422) 等) で使用する。ミラーは、330mm 長の Si に Pt および Rh を 25mm の幅でストライプコートしたもので、測定するエネルギー領域により反射面を切り替えて使用する。検出器は、SPring-8 でビーム診断などに使用されている可視光変換型デジタル CCD カメラである。

現在、本装置は立ち上げ過程にあり、時分割 XAFS データが測定されつつある状況である。得られた XAFS スペクトルの質は、BL01B1等で得られたデータと比較すると、S/N 比やエネルギー分解能の点で若干問題があることが判明している。今後これらの問題点を解決するために更なるスタディを進め、装置の改良・高度化が図られる予定で

ある。

利用研究促進部門
 構造物性 グループ・表面構造チーム
 今井 康彦
 産業応用・利用支援 グループ
 梶原堅太郎
 分光物性 グループ・XAFS チーム
 加藤 和男