

BL04B2 高エネルギーX線回折

1. はじめに

高エネルギーX線回折ビームラインBL04B2は37.8keV以上の単色高エネルギーX線を用いた回折実験を行うために建設された。BL04B2では当時の既存の共用偏向電磁石ビームラインでは行われていなかった高エネルギー領域での集光光学系を組むために、水平振りの湾曲型結晶分光器を採用しており、分光結晶のブラッグ角は3°であり、下流のコンポーネントは6°曲げて設定されている。現在使用できる分光結晶はSi(111)とSi(220)であり、得られるエネルギーはそれぞれ、37.8keV、61.7keVであるが、Si(111)の場合は3次光の113.4keVも使うことができる。

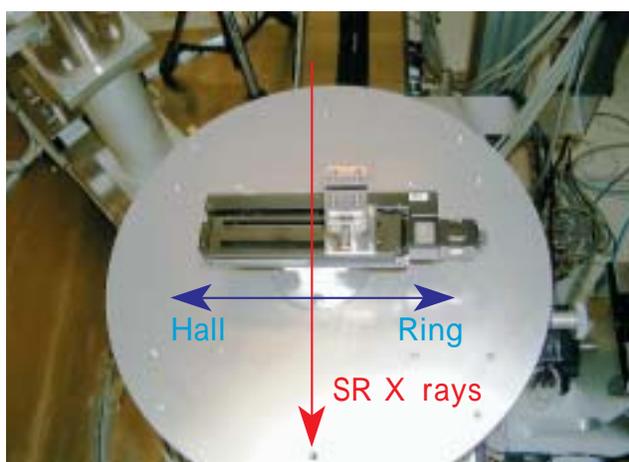
本ビームラインでは、ダイヤモンドアンビルセルを用いた高圧下における回折実験、高温・高圧下における液体の小角散乱実験、非晶質の精密構造解析、および単結晶構造解析を行うため、高圧ステーション(イメージングプレート)、ランダム系ステーション(二軸回折計)、ワイセンベグカメラステーションの3つのステーションが設置されている。今年度においてはランダム系ステーションでは二軸回折系用サンプルチェンジャーを、高圧ステーション用にBe屈折レンズによる集光光学系を導入したので報告する。

2. ランダム系ステーション

ランダム系ステーションではガラス、液体、乱れた構造を持つ結晶の構造解析が主に行われており、本回折計を必要とするユーザータイムの70%を板ガラス、粉末ガラス、

乱れた構造を有する粉末結晶、室温の液体の実験が占めている。また、1試料あたりの測定時間は、試料や測定する散乱ベクトル Q ($=4\pi \sin \theta / \lambda$, 2θ : 回折角, λ : X線の波長)の最大値に依存するが、4~12時間で平均して8時間程度である。また、8時間の測定を行う場合でも、低角の測定と高角の測定で受光スリットの交換などの作業があるため、2~5時間おきに光学系のセッティングの変更を行う必要があるため、深夜における長時間の無人測定が効率良く行えない。

そこで、試料ステージにサンプルチェンジャーを設置した(図1)。サンプルチェンジャーとは真空チャンバにより主に真空下におかれる試料フォルダをビームと垂直方向にスライドさせる機構のことで、リング側、ホール側にそれぞれ20mmのストロークを持たせてある。これによって、3つ(最大5つ)の試料を同時に設置することができ、試料の交換プロセスをプログラムすることで、連続的に3試料の自動測定を行うことが可能となり、結果として光学系のセッティングを変更するまでの時間が6~15時間となった。また、2つの試料に存在する僅かな構造の差を導く場合に、1時間おきに交互に2つの試料の測定を行うことにより、ビームや検出器の僅かなドリフトの影響を最小限に抑えることに成功した。こういった改良により、二軸回折計はこれまで以上に、簡便で精密な測定が行えるようになった。



上面図



側面図

図1 BL04B2 二軸回折系に設置されたサンプルチェンジャー(実際には試料ステージには真空チャンバが取り付けられる)

3. 高圧ステーション用Be屈折レンズ集光光学系

本年度BL04B2に導入されたBe製X線屈折レンズは“ビームライン保守・高度化”の一環として開発・配備されたX線集光素子である。本集光素子は、レンズ材のブロックにX線ビーム軸に対して垂直に開けられた直径数mmの円柱型の孔が、凹面レンズとなってX線を集光する原理である。X線の屈折率は非常に小さいのでレンズ孔は多段式に(ビーム進行軸方向に直列するように)開けられている。今回使用するレンズに関しては、レンズ材料によるX線の吸収を極力低減するために、Be金属ブロックを使用し、孔と孔とはほとんど接触するごとく間隔50 μm で精度良く開けられている。X線レンズの焦点距離(集光距離)はX線エネルギーに応じて調整が必要で、孔の数を最適化することによって行う。今回の導入に際しては、高圧ステーションに導かれる38keVのX線ビームを対象とした結果、直径3mmで320個の孔を設けたレンズ(40穴を設けたショートピースを8個並べた形)を使用することになった。

BL04B2光学ハッチ内に導入されたX線屈折レンズの写真を図2に示す。レンズは光学ハッチ内の真空パスをBe窓を用いて遮断し、X線パスに挿入した形で設置されている。X線レンズの集光効率に関しては、これまでの開発過程による経験から、約3倍のX線フラックス密度の上昇が期待されていた。しかしながら、現状では1.8倍の上昇しが得られていない。集光されたX線ビームの形状を観察す

ると、ビームは二山に分かれており、一点に集光できていないことが理由であることが判明した。この原因として、320個の穴を持つ長いレンズ形状(全長約1.2m)が中心付近でたわんでいる状態が計測できた。次年度の予定として、レンズ保持の金属レールを補強し直線性を整えることによって、集光効率の改善を行う計画を立案中である。

利用研究促進部門

構造物性 グループ・極限構造チーム

小原 真司、大石 泰生

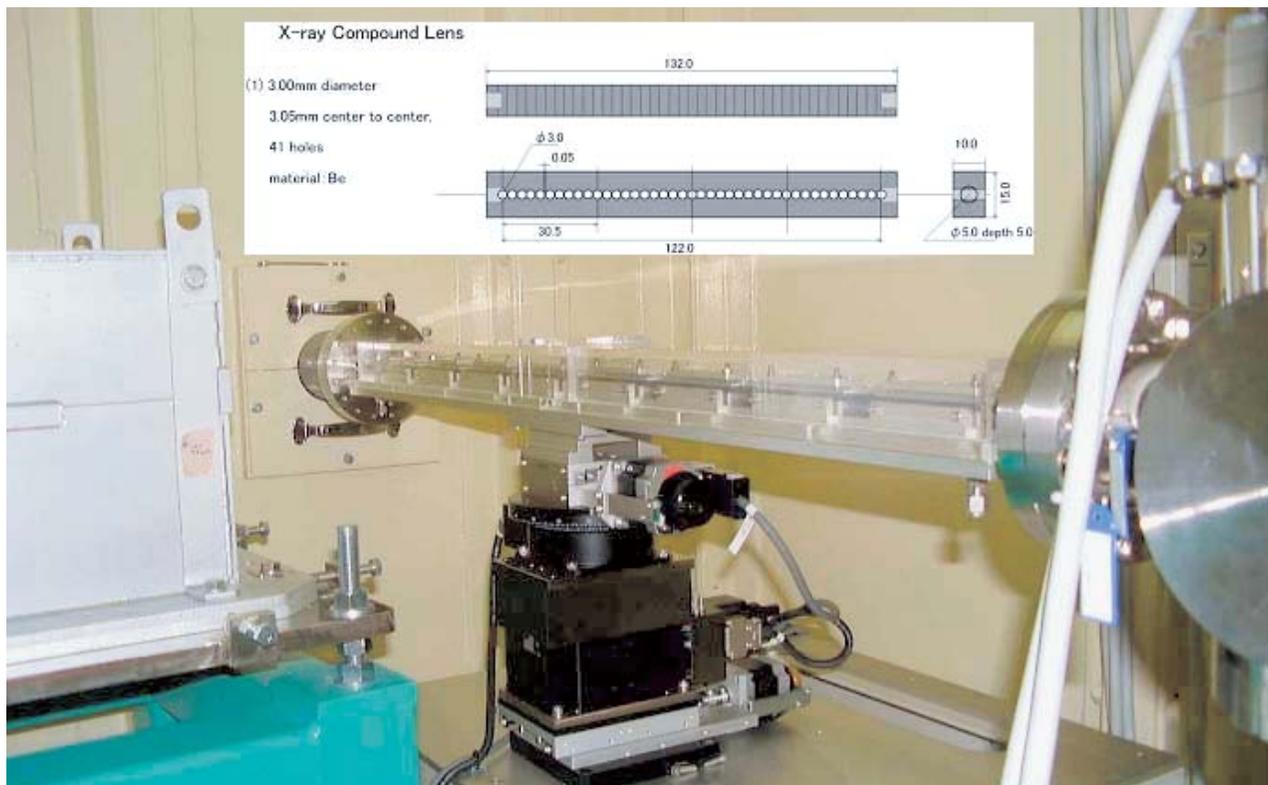


図2 BL04B2光学ハッチにインストールされたX線集光レンズ