

BL02B2 粉末結晶構造解析

1. 概要

BL02B2は、粉末結晶構造解析のために建設され、2009年で供用開始10年を迎えている。この間、ビームラインでは精密測定・新しい測定手法の開発だけではなく、ユーザーフレンドリー化、粉末回折実験の高速化、データ再現性の高度化を目指し、ビームラインの高度化に力を注いできた。その結果、有機材料や無機材料等の粉末材料から薄膜までの構造物性研究分野に大きく貢献した。それらの研究において、主な実験手法は10 Kから1000 Kまでの幅広い温度領域下での粉末回折実験であった。今年度からは、グリーンエネルギー材料、親環境材料、宇宙材料開発の合成、結晶化、破壊過程の包括的な構造物性研究に対する社会的なニーズを満たす、超高温領域での新たな物質現象の構造研究分野を開拓するための技術開発を目指している。その内容は、開放型透過法のX線回折実験が可能になる「レーザー加熱システム」の開発、かつ、温度分布の影響を排除しデータの統計精度が向上する「水平集光光学ミラー」を導入するものである。今年度は、超高温加熱システムの開発にあたり、経年劣化した既存光学系の改善と、横集光ミラー導入による試料位置でのビーム高さの移動に対応可能な、回折計の改造を行ったので報告する。

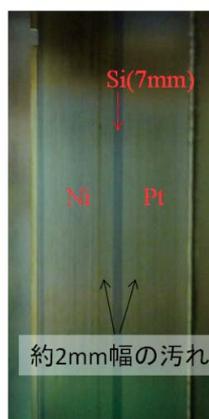
2. 垂直集光ミラーの再コーティングとミラー架台の改良

本ビームラインで用いている垂直集光ミラーは、高調波を除去するため、Si基板にNiとPtをコーティングした3種類のミラーで構成されている。3種類のミラーは、X線のエネルギーにより使い分けを行っている。この、垂直集光ミラーは前置ミラーであるため、白色放射光の影響による経年劣化を起こしており、強度が低下していた。そこで、ミラー面の再コーティングを行った。ミラー面の再コーティングは、既存のSi基板を活用するため、Si基板のオゾンアッシングを行い、PtとNiのコーティングを行った。再コーティング前のミラー面の幅は、Siが7 mm、Ni、Ptが10 mmであったが、再コーティング後は、Siが10 mm、Ni、Ptが25 mmになるようにコーティングを行った（図1）。再コーティング前のミラー面は、約2 mm幅の帯状の汚れが確認されたが、再コーティング後は汚れがなくなり、表面粗さも0.6 nmRMSから0.2 nmRMSまで改善した。また、ミラーを集光させるのに用いるベントシャフトが歪んでいる問題もあったので、ミラー架台を新しく入れ替えることにより解消した。その結果、Pt、Niミラーにおいて、強度が約1.4倍になり、Siミラーでは、約1.3倍になった。また、標準試料（CeO₂）の粉末X線回折を行い、イメージ

ングプレートの飽和時間を測定すると、Siミラーでは以前の3/5、Niミラーでは1/2、Ptミラーでは2/5に減少した。これは、再コーティングによるトータルフラックスの増加と、ミラーベントシャフトを直すことにより、最適な集光状態に成形ができるようになったことに起因している。

ミラー再コーティングと新たなミラー架台の導入により、ユーザータイムのより効率的な利用が可能になった。

再コーティング前



再コーティング後

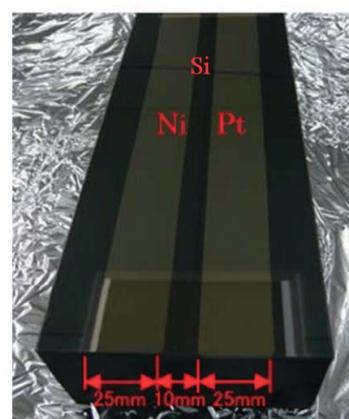


図1 垂直集光ミラーの再コーティング前後

3. 水平集光ミラー導入に備えた、回折計架台の改造

本ビームラインでは、微量粉末試料を、短時間に幅広い温度範囲で、粉末回折測定を透過法で行うために、レーザー加熱システムの構築を予定している。加熱を行うためには、レーザーを集光する必要がある。また、温度が十分均一な領域で粉末測定を行うためには、集光サイズ径が200 μm程度になることが要求されたため、径が200 μm以下の放射光が必要になる。現在使用しているビームは、H×W=3 mm×0.2 mmである。水平方向は、集光光学系を用いていないため、TCスリット（H×W=2 mm×4 mm）で取り込んだ光を、試料前のコリメーターで成形している。現状の光学系を用いて0.1 mm×0.1 mmの光をコリメーターで成形しても、強度が1/30に落ちてしまい、実験上現実的ではない。そこで、水平集光ミラーを導入することにより、強度を落とすことなく0.1 mm×0.1 mmに集光する予定である。これにより、微小領域での測定でも、これまでのような短時間測定で精密構造解析に十分なデータが得られる。また、微量しか得られない粉末試料や局所的な構造測定への応用も期待される。

この水平集光ミラーの導入により、ビームの高さが、現状のビーム高さより22 mm下がることが分かっている。以前までの回折計架台は、回折計のみにZ軸方向の調整軸が備わっていたが、現状のビーム位置を中心に ± 20 mmのストロークしかないため、横集光ミラーの導入によるビーム高さの変動に対応することができなかった。そこで、Z軸にパルスモーターを備えた架台を新たに導入した(図2)。新回折計架台は、Z1、Z2軸(架台傾斜軸)、X軸(架台平進軸)、RZ軸(面内回転軸)を備えているため、簡便に回折計の光軸調整ができるようになった。



図2 新回折計架台の外観図

4. 今後の展開

2009年度は、経年劣化した光学ミラー表面を再コーティングし、ベントシャフトの改善やミラーの水平移動幅を大幅に広げた新ミラー架台を導入し、ユーザーに提供した。その結果、測定時間がおよそ1/2の測定で、より統計精度の高い粉末回折パターンが得られるようになり、ユーザータイムのより効率的な利用が可能になった。また、新回折計の導入により、ビームの中心位置に対する試料位置の精度も高めた。

今後は、2000 K以上の超高温温度下での構造物性研究を行うため、放射線温度計による测温とフィードバックで温度制御可能なレーザー加熱システムの構築を行う予定である。さらに、粉末試料の温度分布の影響を排除すると

もに、高い統計精度の測定のために、水平集光光学ミラーも導入する。これによって、いままで実現出来なかった超高温温度領域での機能性材料の精密構造研究や材料特性評価など先端構造研究分野が開拓できると期待している。

利用研究促進部門

構造物性 I グループ 動的構造チーム
辻 成希、金 廷恩