

BL04B2 高エネルギーX線回折ビームライン

1. 概要

高エネルギーX線回折ビームラインBL04B2では、37 keV以上の高エネルギーX線を用いて、非周期系材料の高精度構造解析を目的とした広い Q ($=4\pi \sin\theta/\lambda$, 2θ : 回折角, λ : X線の波長) 範囲データによる高実空間分解能 Pair distribution function (PDF) 解析 (ランダム系ステーション)、ダイヤモンドアンビルセルを用いた高圧下における結晶・非晶質物質の広角回折実験、高温・高圧下における重元素液体・超臨界流体、金属材料の小角散乱実験 (高圧ステーション) が行われている。近年では不活性ガスを用いて無容器で浮遊させた試料をレーザー加熱により融解することにより2000℃以上の超高温融体・過冷却液体を実現し、その構造の解析あるいは無容器液体からのガラス形成能の低い機能性ガラスの合成が注目されてきている。

このような背景のもと、100 W CO₂ガスレーザーの常設および不活性ガスにより試料を浮遊させるガスジェット浮遊炉の開発を行い、800～2500℃における酸化物・金属融体の回折実験が可能となった。2012年度はジルコニア (ZrO₂)、ハフニヤ (HfO₂) のような2500℃以上の超高融点材料の過冷却液体を実現するために、200 Wの高出力CO₂レーザーの整備を行った。さらに、超高融点融体の回折データを迅速かつ精密に測定する必要があるが、これまではスループットにおいては劣るがエネルギー分解能に優れたGe半導体検出器を用いてきた。2012年度はエネルギー分解能がGe半導体検出器より劣るもののコンパクトでスループットの高いCdTe半導体検出器を多連装することによる、ハイスループット回折測定環境の整備に着手した。

2. 200 W CO₂ガスレーザーのインストール

図1にBL04B2実験ハッチにインストールされた200 W CO₂ガスレーザーを示す。200 W CO₂ガスレーザーは従来の100 Wタイプに比べ大型であり、下流に設置されたイメージングプレート回折計を用いた実験の妨げになることから、未使用時は放射光X線の光軸から待避する機構を備えている。本レーザーを使用することにより2600℃におけるZrO₂ (融点: 2715℃) 過冷却液体の回折データの取得に成功した (図2)。このデータはこれまで報告例のないものであり、現在大規模理論計算結果と併せて超高温酸化物融体特有の原子配列および電子状態を調べている。200 W CO₂ガスレーザーを用いるもう一つの

利点は、高出力ゆえレーザービームを光学レンズで集光することなく試料を加熱できることにある。これにより、試料の均一加熱が可能となったことで、1000℃付近の揮発性の高いケイ酸塩融体の実験においても、その加熱の均一性から試料の揮発を抑えることに成功しており、今後さまざまな系に対して適用できると考えている。



図1 BL04B2実験ハッチにインストールされた200 W CO₂ガスレーザー

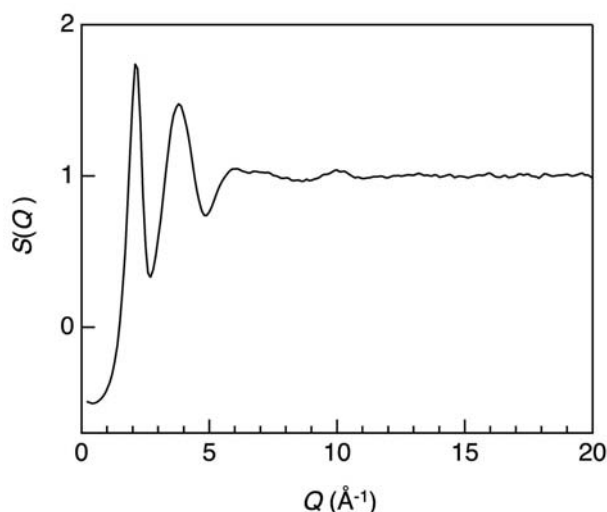


図2 ZrO₂過冷却液体 (2600℃) の構造因子 $S(Q)$

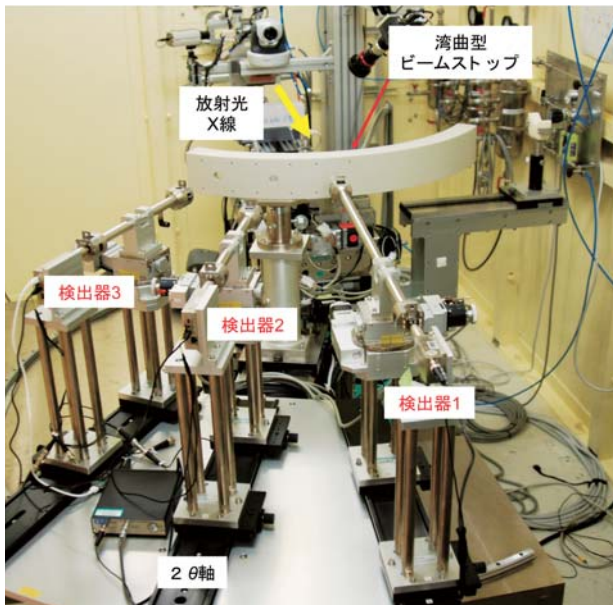


図3 BL04B2二軸回折計にインストールされた3連装CdTe半導体検出器（検出器2の $2\theta = 20^\circ$ で撮影）

3. ハイスループットCdTe 3連装検出器システムの整備

これまでBL04B2の二軸回折計では、精密な非晶質物質の回折データの取得を目的とし、PDF解析に不要な蛍光・分光結晶の高次光を除去するために、スループットにおいては劣るもののエネルギー分解能に優れたGe半導体検出器を用いてきた。その結果、非常に信頼性の高い回折データを取得することが可能となった^[1]が、スループットには問題が残っていた。近年、上述の超高温融体の回折測定をはじめ、迅速で正確な回折データの取得に対する需要が高まってきたため、エネルギー分解能がGe半導体検出器の約半分であるが、ほとんどの実験には十分であり、ハイスループットでコンパクトなCdTe検出器を用いた3連装検出器システムの整備を試みた。図3に二軸回折計にインストールされた3連装CdTe半導体検出器を示す。本システムでは検出器を 16° 間隔で3台設置し、測定時間を従来の3分の1以下に短縮できると予想されている。

参考文献

- [1] L. B. Skinner, A. C. Barnes, P. S. Salmon, L. Hennet, H. E. Fischer, C. J. Benmore, S. Kohara, J. K. R. Weber, A. Bytchkov, M. C. Wilding, J. B. Parise, T. O. Farmer, I. Pozdnyakova, S. K. Tumber and K. Ohara: *Phys. Rev. B*, **87** (2013) 024201.

利用研究促進部門
 構造物性Ⅰグループ
 ナノ構造物性チーム
 小原 真司