

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線を用いた非晶質物質の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・非晶質回折実験、高温・高圧下における重元素液体・超臨界流体の小角散乱実験、高エネルギーX線の透過力を用いた金属材料組織評価（高圧ステーション）が行われている。近年本ビームラインでは、無容器法を用いた2000°C以上の高温無容器融体の実験が精力的に行われており、ガラスにならないZrO₂液体の原子・電子レベル構造解析^[1]のようなひとときわ光彩を放つ成果が創出され、SPring-8/SACLAがガラス・液体の構造物性研究において世界をリードする立場を築きつつある。今後、高温のみならず低温での無容器実験、たとえばイオン液体や水溶液、有機溶媒の過冷却液体の構造物性研究が推進されることも想定されるため、2014年度は200°C以下の無容器実験をユーザーへ提供する一軸音波浮遊装置の実験ハッチへの導入を行った。また、2012年度より導入したCdTe3連装検出システムを改良し、113 keVでの利用も可能とした。

2. 低温無容器実験用一軸音波浮遊装置の実験ハッチ導入

図1にBL04B2実験ハッチの大型二軸回折計へ導入された一軸音波浮遊装置を示す。本システムは2つのトランスデューサーから発生させる22 kHzの周波数により試料を空中にトラップする^[2]。よって、比重の小さい物質であれば原理的にどんな物質でも浮遊させることが可能である。しかしながら、図1から分かるとおり本システムは高さ方向のスペースを必要とし、浮遊回折実験は不可能な状態であったため、二軸回折計のRx-Ryステージを撤去することでその問題を解決した。また、元の高さへ戻すためのスペーサーを利用することで、一軸音波浮遊装置を使用しない従来のPDF解析用全散乱実験へ短時間で切り替えを可能とした。加熱・冷却については英国Oxford Instruments社製の窒素吹き付け装置を用いることで、200°C以下の無容器実験を実現した。既設のガス浮遊炉は主にCO₂ガスレーザーによる加熱により1000°Cから3000°Cをカバーしており、更に一軸音波浮遊装置の導入によって低温から超高温までの幅広い温度領域の無容器実験環境が整った。今後、高分子材料やイオン液体などの複雑系非晶質材料の研究、とくにサンプルを収納する容器との界面の影響を考慮した構造解析の推進が期待される。現在、これら研究も視野に入れ、ガス吹き付け装置等による音波浮遊サンプルの揺れを抑止するためのハロゲンスポットヒーター導入による加熱システムの開発を進めている。

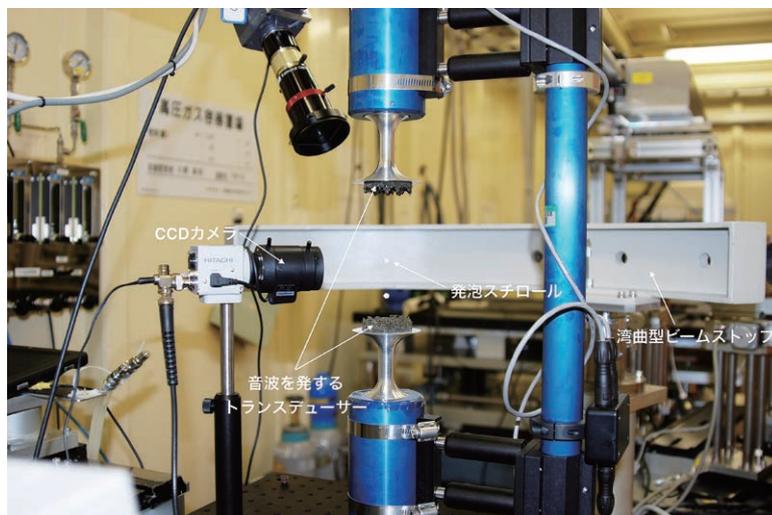


図1 BL04B2にインストールされた無容器実験用一軸音波浮遊装置

3. CdTe3連装検出システムの113 keV対応

2013年度よりCdTe検出器を16°間隔で設置した3連装検出システムを導入し、測定時間を従来の2分の1以下に短縮できるようになった。しかしながら、本システムは61.4 keV (Si 220) の入射X線利用にカスタマイズされたものであり、113.3 keV (Si 111) 利用時は2個の検出器のデータしか実質使えていない状況であった。そこで2014年度はCdTe検出器を8°間隔にも配置できるように改良し、113 keVにおいてもハイスループットな検出システムの整備を試みた。その結果、図2へ示すように $Q_{\max} = 24 \text{ \AA}^{-1}$ までのInSbおよび Sb_2Te_3 の構造因子データを2時間で測定することが可能となった。

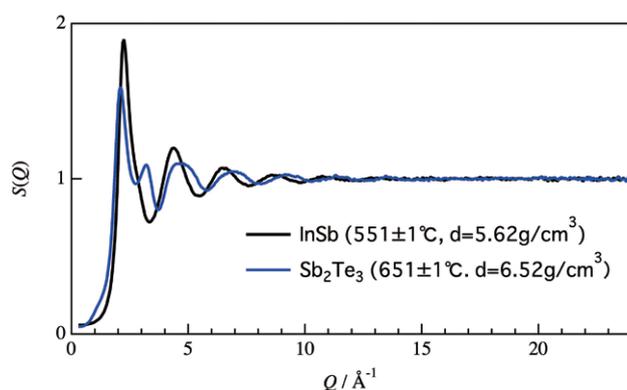


図2 CdTe3連装検出システムにより2時間にて測定されたアモルファス材料の構造因子 $S(Q)$

参考文献

- [1] S. Kohara, J. Akola, L. Patrikeev, M. Ropo, K. Ohara, M. Itou, A. Fujiwara, J. Yahiro, J. T. Okada, T. Ishikawa, A. Mizuno, A. Masuno, Y. Watanabe and T. Usuki : *Nat. Commun.*, **5** (2014) 5892.
- [2] J. K. R. Weber, C. A. Rey, J. Neuefeind and C. J. Benmore : *Rev. Sci. Instrum.*, **80** (2009) 083904.

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

尾原 幸治、今田 沙織、小原 真司