

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、61 keVでの高エネルギーX線を用いた非晶質物質のPair distribution function (PDF) 解析、ビームラインの特性である高エネルギーX線を活かした、実材料内部評価(113 keV)や高圧発生装置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(38 keV)等が行われている。本ビームラインでは、全ユーザータイムの半分以上が非晶質物質のPDF解析に関する課題で占められており、非晶質材料特有の弱いX線回折において、広いQ範囲の測定データと十分な統計精度を同時に得るため、高エネルギーかつ高強度のX線を利用する。さらに、ガス浮遊法を用いた2000°C以上の高温無容器融体の実験、音波浮遊法を用いた低・中温無容器融体の実験も精力的に展開されている。2015年度においては、1) 音波浮遊装置での200°C以下の加熱システムの開発、2) ガラスの配向性を評価するため、二軸回折計ステージへ回転ゴニオメーターの導入が実施された。次項で上記2点の高性能化について詳細を記す。

2. 音波浮遊装置の非接触均一加熱システム開発

図1にBL04B2実験ハッチ大型二軸回折計へ導入された音波浮遊装置及びハロゲンスポットヒーターによる加熱システムの立ち上げ状況を示す。音波浮遊装置は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し、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。これまでは加熱・冷却について、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ていた。しかし、ガス吹き付け装置による音波浮遊サンプルの揺れを抑止するため、2015年度は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た。当初、1つのハロゲンヒーターによる加熱を試みたが、温度ムラが発生してしまい均一な加熱が実現できないことが分かった。そこで、図1(左)へ示すように、試料を中心にハロゲンヒーターを対向させて配置し、ハロゲンヒーターの熱を反射させることにより試料の均一加熱を試みた。その結果、図1(右)へ示すように、代表的な高分子材料の液晶物質について、その相転移挙動と分子集合構造の変化をリアルタイムに追跡することに成功した。さらに、本システム評価の過程で、浮遊した液晶分子の凝固点は、基板界面が存在する場合と比べて著しく低くなることを発見した。これは、浮遊サンプルが均一核形成により結晶化することを示しており、ミリメートルオーダーの球状物質がモノドメイン構造を形成する可能性を示唆している。今後、高分子材料やイオン液体などの低融点液体材料について、無容器法による研究展開が期待される。

3. 回転ゴニオメーターの導入による異方性ガラスの配向性評価

近年、複数のアルカリ金属を含むメタリン酸塩ガラス

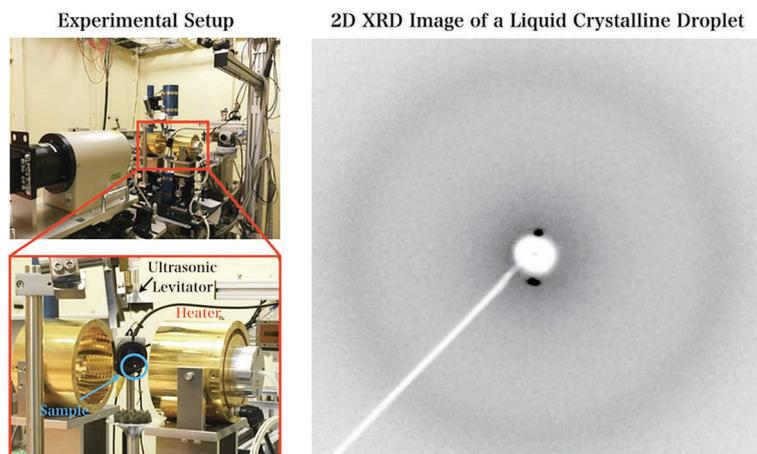


図1 (左) BL04B2の音波浮遊装置へ組み込まれたハロゲンヒーターによる対向加熱システムのセットアップ。(右) 等方相から冷却した液晶サンプルの二次元XRD像

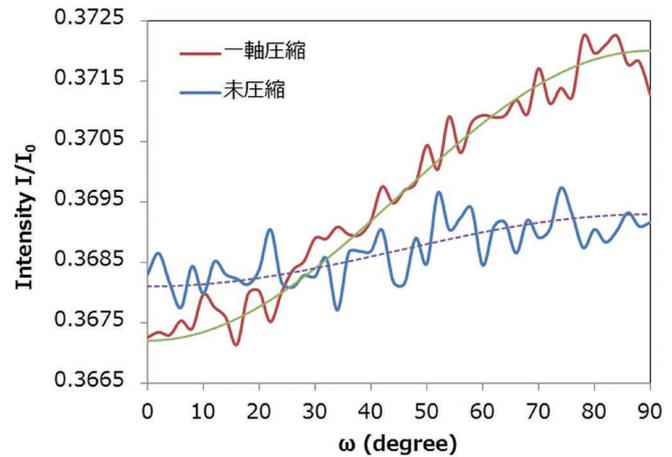
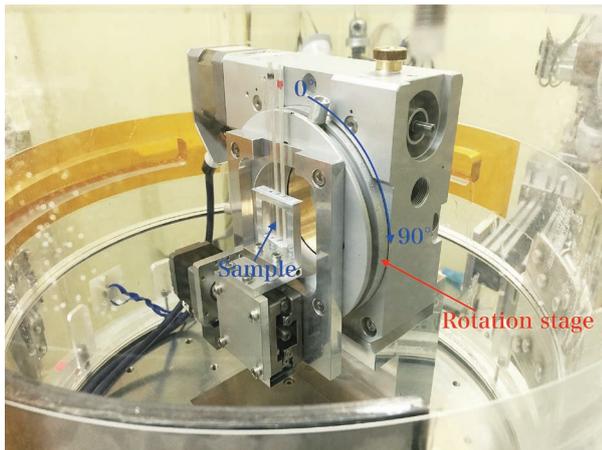


図2 (左) 回折計へ導入された回転ステージと (右) ソーダライムガラスの散乱強度 ω 角度依存性

がゴムのように伸び縮みすることが発見された^[1]。本ガラスはガラス転移温度直上で、当該ガラスを引き伸ばして、直鎖を高度に配向させて急冷することにより、異方性ガラスとなっている。ガラスの内部構造の工夫により、より優れた特性のゴム状ガラスの実現が期待されるため、BL04B2にて異方性ガラスの配向性を詳細に評価する回転ゴニオメーターシステムを整備した。これまでガラス試料を 0° 、 90° と手動で回転させていたところを、本システム整備により 0° から 90° までPC制御にて連続的に試料を回転させながら、X線回折を測定可能となった。そこで2015年度においては、ガラス転移温度近傍で一軸圧縮することで作製した光学的異方性を示すソーダライムガラス（複屈折：約40 nm/mm）の構造を評価した。まず、圧縮方向が ω 回転ステージの 0° に一致するように試料を設置し、 0° から 90° まで連続的に試料を回転させた際の $2\theta = 3.2$ degreeの散乱強度を検出した。比較のため、上記ガラスと同じ熱履歴を持つ未圧縮のソーダライムガラスも同様に評価した。その結果、図2へ示すように試料を 0° から 90° へ回転させた場合、圧縮ガラスと未圧縮ガラスでは、散乱強度の ω 角度依存性に有意な差が生じることが分かった。両者の差は、圧縮方向に沿って配列した分子構造に起因すると本システム整備より明らかとなった。

参考文献

- [1] S. Inaba, H. Hosono and S. Ito: *Nat. Mat.*, **14** (2015) 312.

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、河口 沙織、大石 泰生