

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は、61 keVのX線を用いた非晶質物質のPair distribution function (PDF) 解析、高エネルギーX線の透過力を活かした実材料内部の評価 (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) 等が実施されている。本ビームラインは高次光を含む光学系であるため、ポイント型検出器によるエネルギー分別装置を整備しており、ユーザーの大半がこの装置を利用し、PDF解析による非晶質物質の構造解析を実施している。PDF解析の精度は、広いQ範囲と高角度側の十分な統計の両方を満たす実験データにより決定されるため、高エネルギー(短波長)かつ高強度のX線利用が不可欠である。また試料環境としては、リガク製高温電気炉、及びガス浮遊による超高温環境を整備し、多くの特筆すべき成果を出してきた。2016年度においては、1) 低温クライオスタットシステムの導入、2) 二軸回折計ポイント型検出器多連システムの整備、3) IP回折計の制御システム更新が実施された。次項で上記3点の高性能化について詳細を記す。

2. 低温クライオスタットシステムの導入

ビームラインBL04B2の低温試料環境のため、2013年度に英国Oxford Instruments社製窒素吹き付け装置が導入された。この装置は容易に低温の回折実験を可能にしたが、0°Cを下回る低温領域に入ると、大気中の水分が

霜となりキャピラリーに付着する。測定時間が1時間以内であれば霜が着く前に測定を終了することができるものの、高次光除去を目的としたポイント型検出器を利用している状況では致命的な問題となった。ゆえに、2016年度より霜の発生を防ぐことの可能なHe循環式低温クライオスタット装置の導入を進めた。これはBL02B2の縦振り回折計用冷却装置を移設し、BL04B2横振り大型二軸回折計にて使用できるように仕様変更した(図1a)。また、サンプルの交換に伴う真空引きや加熱・冷却の時間を短縮できるように、サンプルホルダーはキャピラリーを3本セットできるようにし(図1b)、一度に多くの実験データを得ることを可能にした。これまで自作の低温装置を持ち込んでいたユーザーも本装置整備により、装置の組み上げ時間やサンプル交換時間を短縮できるようになった。今後、水やアルコールなど低分子液体の応用的構造解析に加え、骨格構造、原子・分子の振動を低温で抑え、液体やガラスの構造を理解するような基礎的研究が広く行われていくことが考えられる。

3. 二軸回折計多連式ポイント型検出器システムの整備

図2にBL04B2二軸回折計へ導入された多連式検出器システムを示す。2012年度より、ポイント型CdTe検出器を16°間隔で3台並べたシステムが導入され、測定時間の短縮化が実現された。今年度は測定時間のさらなる短縮を目指し、8°間隔で検出器を7台並べられるように改良した(検出器1の位置を0°とした場合、残りの検出

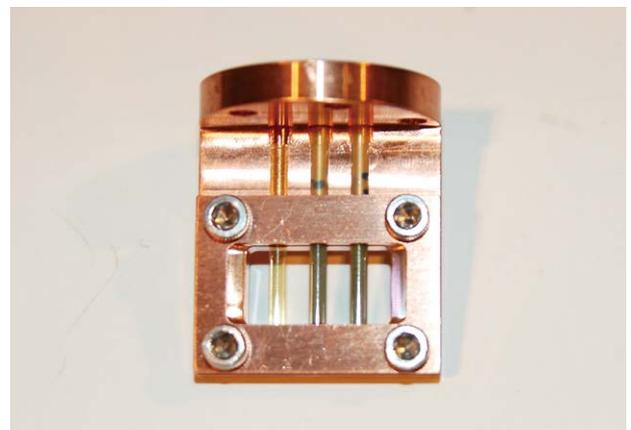
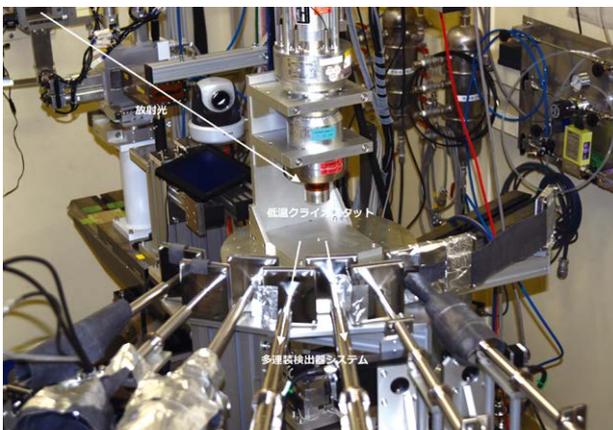


図1 (a) BL04B2の大型二軸回折計へ組み込まれた低温クライオスタットシステムのセットアップ。
(b) BL04B2低温クライオスタット用サンプルホルダー。



図2 BL04B2大型二軸回折計にインストールされた多連式CdTe / Ge検出器システム

器の位置がそれぞれ8°、16°、24°、32°、40°、48°となる)。高角側の3台は、CdTe検出器よりも高感度で高角側の微弱な散乱を検出できるGe半導体検出器を採用した(図2の検出器5、6、7)。現在は、CdTe半導体検出器4台、Ge半導体検出器を1台にて稼働中である。今後、本システムで全ての検出器が稼働することにより、測定時間が現在の半分に短縮されると期待される。さらに、7台目の検出器を設置し測定Q領域を広げたため、さらなるPDFの実空間分解能の向上が期待できる。なお、本整備は長期利用課題ユーザーである物質・材料研究機構の小原 真司 主幹研究員 (JASRI 客員研究員) と、JASRI との共同で実施された。

4. IP回折計の制御システム更新

BL04B2下流に設置されているIP回折計は、主に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・非晶質回折実験に使用されている。本装置の制御システムは、導入されてから15年以上経過し、制御製造元(リガク株式会社)においても修理ができない状況にあった。実際に、2016年度上期にパソコンの電解コンデンサーが液漏れを起こし、起動しなくなった。今後、同様の不具合が多発することが見込まれるため、当該実験の安定的な実施を目的として2016年度にシステムの更新を実施した。リガク株式会社にご協力いただき、

Windows 2000で動作していた制御システムをWindows 7にて動作するように更新した(図3)。近年、高速2次元検出器を用いた時分割測定への展開が進んできているが、一方で精密構造解析は様々な分野における基底でありつづけており、広いダイナミックレンジを有し読み取り画素数の小さいイメージングプレートの利用を求めるユーザーは多い。今後とも、本ビームラインの高エネルギーX線と本IP回折計を組み合わせた測定システムの継続的な利用が期待される。

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

技術支援グループ 技術支援チーム

Bagautdinov Bagautdin、竹本 道教

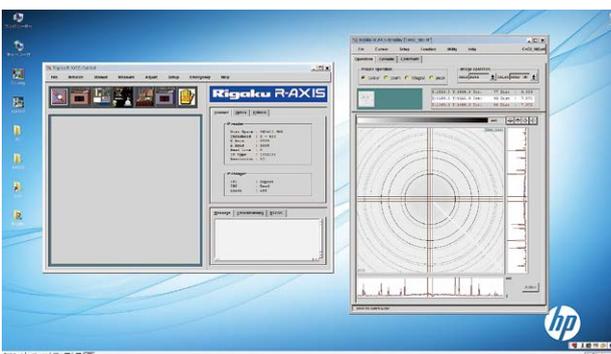


図3 Windows7へアップグレードしたIP回折計のR-AXIS制御システム