

BL04B2 高エネルギー X線回折

1. 概要

高エネルギー X線回折ビームライン BL04B2 は、60 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、実材料内部の評価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・非晶質回折実験等が実施されている。本ビームラインは高エネルギーかつ高強度の X線利用を優先し、ミラーレス光学系を採用しているため、検出器サイドでのエネルギー分別による高次光除去が必要となる。そのため、ポイント型検出器の多連装システムが整備され、測定のスループット向上が図られてきた。一方で、これまで展開されていなかった秒オーダーの時分割 PDF 解析について、2次元検出器を利用し技術基盤構築を開始した。2017 年度においては、1) 二軸回折計ポイント型検出器多連システムの液体窒素自動供給装置の整備、2) 大面積 2次元検出器を用いた時分割 PDF 解析環境の構築が実施された。これら 2点の高性能化について詳細を記す。

2. ポイント型検出器多連二軸回折計の液体窒素自動供給システムの整備

図 1 に BL04B2 の検出器多連二軸回折計へ組み込まれた液体窒素自動供給システムを示す。2016 年度からの二軸回折計の改良により、ポイント型 CdTe 検出器を 8° 間隔で 4 台、Ge 半導体検出器を高角側に 3 台、合計 7 台並べることが可能となった。現在は、CdTe 半導体検出器 4 台、Ge 半導体検出器 2 台によりユーザー実験を運営している。Ge 半導体検出器は毎朝液体窒素の供給を必

要とし、これまで BL 関係者が不在の場合、ユーザーに補充を依頼していた。しかし、Ge 半導体検出器数の増加により、従来のような運用方法による人的負担及び、測定時間ロスの増加が予想されたため、2017 年度より液体窒素自動供給システムによる補充を開始した。当初、液体窒素メインタンクから Ge 半導体検出器までの配管が長い影響で、配管内に残留した空気が干渉し、供給開始直後に検出器が液体窒素不足状態と誤認識するトラブルが発生、測定が不可能な状況となった。そこで、検出器直前にバルブを配置し、配管内が十分冷却された後バルブが開くようシステムを改良した結果、7 日間毎メインタンクを 1 回満杯にすることで、毎日 1 回の検出器への液体窒素自動充填が可能となった。本システムの整備により、ユーザーは液体窒素の補充に煩わされることなく実験に集中できるようになった。なお、本整備は物質・材料研究機構の小原真司 主幹研究員 (JASRI 客員研究員) との共同で実施された。

3. 大面積 2次元検出器を用いた時分割 PDF 解析環境の構築

理研からの支援を受け、大面積かつ高速連続露光の機能を兼ね揃えた 2次元検出器を BL04B2 の下流へ導入し、時分割 PDF 解析環境の構築を進めた (図 2)。2017 年 12 月に本装置の時間分解能について評価を実施したところ、標準試料シリカガラスで 1 分積算すれば、BL04B2 の既設同種装置 2 時間積算と同等の統計精度の PDF 解析が可能であった。その結果を図 3 へ示す。ポイント型検出器を 2次元検出器に置き換えることで時間分解能を

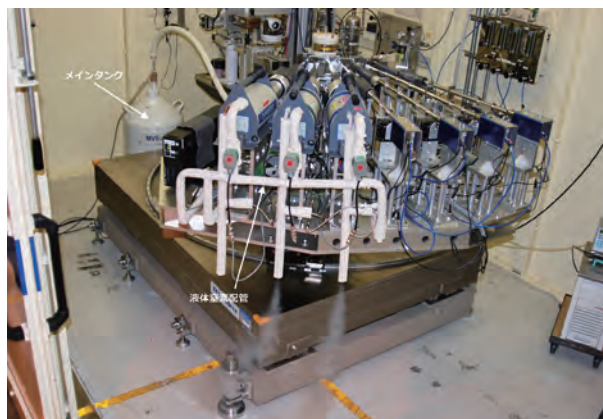


図 1 (a) BL04B2 の多連検出器装置へ組み込まれた液体窒素自動供給システムの稼働状況
(b) 液体窒素自動供給システムの制御器

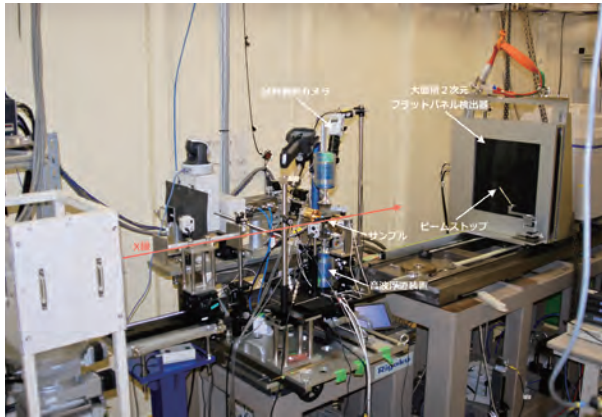


図2 大面積2次元フラットパネル検出器をBL04B2へセットアップした様子

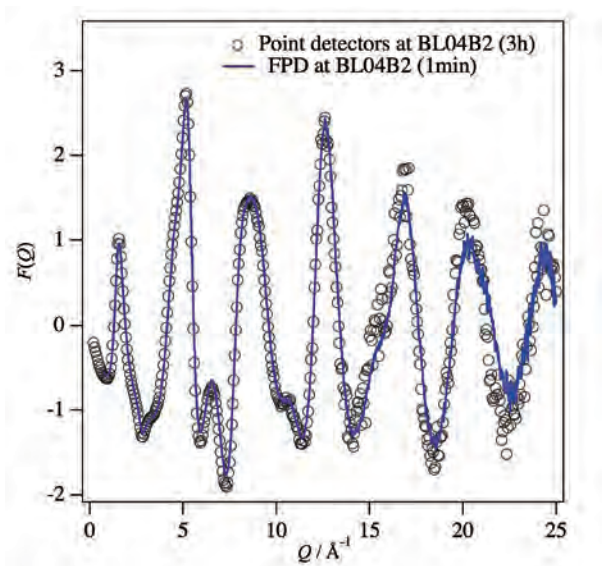


図3 測定検出器の違いによるSiO₂ガラスの構造因子F(Q)の比較

丸：ポイント型検出器多連2軸回折計

線：2次元検出器システム

更に上げることが原理的には可能である。しかし、現在は2次元検出器全面のデータを用いたPDF解析ができず、分オーダーの測定時間が必要となる。今後、2次元画像データ処理に関する開発を進め、全面を利用した秒オーダーの時分割PDF解析環境を実現する予定である。一方、冒頭で述べたように、本装置から得られたデータには高次光成分が15%程度含まれている。そのため、これまでBL04B2で展開されていた高精度PDF解析の定量性を本装置により達成することは難しい。しかし、非晶質材料の分オーダーの経時変化を観察することは可能である。観察したい構造（変化）現象に合わせて測定装置を使い分け、非晶質構造解析に関する研究が進展することを期待する。

JASRI 利用研究促進部門

回折・散乱IIグループ 低次元・非周期構造チーム

尾原 幸治、Bagautdinov Bagautdin

回折・散乱Iグループ 極限構造物性チーム

河口 沙織、大石 泰生

技術グループ 技術支援チーム

竹本 道教