

## ビームライン開発（高度化）

後藤 俊治  
石川 哲也  
北村 英男  
高橋 直  
八木 直人

### 1. 真空封止型電磁石アンジュレータ

#### 1.1. 研究経緯と目的

左右円偏光、あるいは垂直・水平偏光の高速スイッチングは、MCD (Magnetic Circular Dichroism) をはじめとするさまざまな分光法を可能とする。X線領域においては高性能の位相子が存在し、10 Hz以上の高速スイッチングが実現されている。一方、軟X線領域においては実用的な位相子が存在せず、光源の偏光特性を制御する必要がある。このためにはキッカーマグネットによる電子軌道の制御か、光源自体の磁場切替を行う必要がある。挿入光源周期数が多い、発光点が同一である等の理由で光源磁場の高速切替が可能な電磁石アンジュレータが偏光制御には適している。

電磁石アンジュレータの開発のために考慮すべき課題としては、1) 電磁石の構造、2) 磁極材の選定、3) ピーク磁場の評価、4) 切替周波数の評価などがある。特に重要なピーク磁場を稼ぐために、ギャップを小さくし、必要ならばコイル、磁極材ともども真空チャンバに設置する真空封止型を採用した。

本研究では電磁石の上記4点の課題について考察し、実用的な電磁石アンジュレータの可能性について調べたことを目的とした。

#### 1.2. 実施内容と成果・評価

電磁石アンジュレータの特性を調べるために、静磁場・動磁場計算コードを購入し、さまざまな構造の電磁石アンジュレータについて磁場特性を計算・評価した。また、実際に必要な電流値と、コイルの構造から発熱量を計算し、冷却水の必要性についても考察した。

磁石構造を最適化し、垂直磁場を電磁石、水平磁場を永久磁石で発生し、かつ電磁石の通電系統を2種類に分け、そのうちの1つの極性を調整することにより以下の3つのモードで運転できる新型アンジュレータが考案された。

- A) 8の字アンジュレータモード
- B) ヘリカルアンジュレータモード
- C) 非対称8の字アンジュレータモード

いずれのモードにおいても、水平磁場は変化せず、垂直

磁場の周期、あるいは磁場強度が変化する。8の字アンジュレータモードでは、電磁石の2ポールで1周期、ヘリカルアンジュレータモードでは電磁石の4ポールで1周期の垂直磁場を形成する。電磁石の通電系統は2種類有り、そのうちの1種類の電流方向を反転することにより、ヘリカル磁場を発生する。また、極性はそのまま、1系統の磁場を増加し、他系統の磁場を減少することにより非対称8の字磁場を発生し、その増減を反転することによりヘリシティの切り替えが可能となる。典型的なパラメータを用いた計算の結果、電流値4000 A・turnで140 eVの基本波が得られており、これはほとんどの実験に適應できる。また、変調電流±300 A・turnにより $\Delta Ky = \pm 0.6$ が得られており、これにより楕円偏光が発生できる。この場合の1ポールあたりの発熱は68 Wである。また、ヘリカルモードでは1300 A・turnか、あるいはそれ以下で、ヘリカルに近い磁場が得られることがわかった。

(北村 英男)

### 2. フロントエンド高耐久性窓材の開発

#### 2.1. 研究経緯と目的

硬X線ビームライン用フロントエンドの最下流には、フロントエンド部の超高真空と輸送チャンネル部の高真空を分断するために窓が設置される。この窓材は、放射光に与える影響を極力小さくするために、X線の透過が大きいこと、すなわちlow-Z材料でかつ薄いこと、一方では放射光を吸収した際の温度分布に基づく熱応力や輸送チャンネル側からの真空事故等から蓄積リングを保護するために、厚くて機械的強度の大きいことの相反する性能が求められる。その他にも、表面粗度が優れていること、X線領域で特異な吸収端を持たないこと（不純物の含有率が少ない）、かつ吸収した熱を効率よく除去するために熱伝導率が優れていることが望ましい。これらの条件を満たす材料として最も一般的なものがBe箔であり、SPring-8でも窓材として250 $\mu$ m厚みのBe箔を2枚設置している。さらに、Be箔への熱負荷を低減するために、上流側にグラファイトフィルタを挿入できる配置となっている。

SPring-8の建設初期においては、Be箔として一般的なX

線窓用材（日本ガイシ製BR-3；純度98.5%、Raメーカ標準で1 $\mu$ m）を用いていたが、一昨年来より、特にイメージング・トポグラフィやXAFSの実験時の、「入射X線中の強度むら等によるビーム不均一性の改善」や「Fe吸収端近傍におけるバックグラウンド低減のためのBe純度向上」等のため、いくつかのビームラインにおいて高純度・高面粗度型窓材（ブラッシュウエルマン製IF-1；純度99.8%、Ra<0.1 $\mu$ m）に取り替えた。しかしながら、高純度を得るために、従来の「粉末冶金製法」ではなく「溶解押出し」という製造工程を取ることから母材の強度が低下する。さらに、面粗度を向上させるための研磨による加工応力が加わるため、高純度・高面粗度型窓材は従来品に比べて、機械的強度が低下すると考えられる。その一方で、光源の高出力化が進み、さらにビームの不均一化を防ぐ観点からBe窓保護のためのフィルタ材をもできれば少なくしたいという要望もあり、Be窓での吸収熱量は大きくなる（熱応力が増大する）一方であることから、実機の正確な耐久性を把握するとともに、より高強度な窓材の開発が求められていた。

そこで今回は、現在のSPring-8標準となっている高純度・高面粗度型窓材の静的および疲労強度を測定するとともに、更なる高耐久性窓材の開発への可能性の検討も行った。

## 2-2. 実施内容と成果・評価

### (1) 静的強度評価試験

材料自身の静的強度を評価するために引張試験片を製作し、JIS Z2241に準拠した試験を行い、縦弾性係数、ポアソン比、0.2%耐力、引張強さ、伸びを算出した。試験片はできるだけ実機に即したものとするため、JIS規定の形状に加工した後、実機で行う拡散接合と同程度の熱履歴（真空アニール）を与えたものを用いた。試験機は、インストロン型5566万能試験機を用い、縦弾性係数、ポアソン比、0.2%耐力の測定にはひずみゲージ（東京測器研究所製FCV-1-11、ZFLA-1-11-1L）を貼付して行った。また、試験速度は、0.127 mm/minで行い、0.2%耐力後は1.27 mm/minで実施した。試験は室温（25 $^{\circ}$ C）および高温（200 $^{\circ}$ C）において、各々4本、5本の試験片に対して行った。

従来品（BR-3）の強度はメーカカタログによると、室温で、(a)0.2%耐力：275 MPa以上、(b)引張強さ：480 MPa以上、(c)伸び：5%以上となっているが、今回の試験結果では、室温では0.2%耐力および引張強さとも約50%、高温に至っては30～40%にも減少しており、静的な機械強度が予想以上に小さくなっていることがわかった。これが純度を高めたことに起因する「母材自身の問題」なのか、アニール（拡散接合）による応力緩和が不十分であることに起因する「加工工程中の問題」であるのかについては不明である。もし、加工工程中の問題であるならば、拡散接合による応力除去以外に、より高い温度でのアニールを実

施することで従来品に近い強度を得られる可能性がある。

### (2) 疲労強度評価試験

ここで、実際にフロントエンドで使用されているBe窓中心に放射光が入熱した場合を考える。Be箔の中心部の温度が上昇するためBe箔は径方向に熱膨張しようとするが、外縁が銅ホルダに拡散接合で固定されているために、Be箔は引張ではなく圧縮応力を受ける。熱応力は二次応力であるため、仮にこの圧縮応力が部分的に0.2%耐力を超えたとしても、応力が緩和されるだけで即座に破損には繋がらない。また、薄板が圧縮応力を受ける場合にはある限界を超えると座屈が起こり、応力は緩和される。しかしながら、この応力が繰り返し負荷される場合には、疲労による強度低下を考慮する必要がある。そこで、高純度・高面粗度型窓材の疲労強度を評価するために、赤外ランプを用いた耐久試験を実施した。赤外ランプは最大出力1 kWであるが、これを光学ミラーにより集光しターゲット上で1.5 mmに絞る。Be箔への入熱量は、実機での実入熱量を基に15 Wとした。

疲労試験の条件（入熱範囲 1.5 mm、入熱量15 W、Be箔表面にのみ入熱、冷却水流量3 $\ell$ /min）で熱および熱応力解析を行ったところ、Be窓での最高温度は166 $^{\circ}$ C、最高等価応力は290 MPaとなり、現状もっとも厳しいケース（BL19LXUにおけるアンジュレータ最小ギャップ、蓄積電流100 mA時）とほぼ同じ条件となる。

繰り返し回数5000回（2回/日MBS開閉、250日運転/年 $\times$ 10年）を経ても、外観上は変化は見られない。今後は試験後においてもBe窓に必要な機能（真空密閉性、特に差圧に対する強度、熱伝導性、組成等）を保持しているかどうかについても調査するとともに、引き続き10000回までの繰り返し試験を行う予定である。

### (3) 新しい窓材の開発

現在は他施設を見てもフロントエンドの窓材としてBeに代わりうるものが用いられている例はない。しかしながら、世界最先端のレベルを維持するためにも、更に高出力化する光源パワーに耐えながら、かつユーザに供するビームの質を落とさない高耐久性窓材の開発はSPring-8に与えられた重要な高度化研究の一つである。

(1)項で示した窓材に要求される特性を考慮し、新窓材として、単結晶ダイヤモンド材とボロンナイトライド（BN）を候補として検討を開始した。前者については、その熱伝導性、均一性に着目したものであるが、水冷ホルダとの接合方法、単結晶であることに起因する回折現象をどうやって回避するか、およびコスト低下（単結晶の局所的な使用）にどう対応するか検討中である。BNには多種類あるが、まずパイロリティックボロンナイトライド（PBN；巴工業）について検討を行った。PBNは、耐熱衝撃性には優れているが、異方性を有しているため膜厚方向は極端に熱伝導率が低く、標準型アンジュレータの最小ギ

トップでの入熱条件における解析を行った結果、PBN表面の最大温度が900 を超えるが、銅と接触しているPBNの縁部は約40 程度にしか上がらないことがわかった。このように急激な温度勾配が生じることから、応力解析を実施すると、PBN自身の最高等価応力は1860 MPaにも達しとても使用に耐えられないことがわかった。今後は、単結晶ダイヤモンドとともに、BNの中でも熱伝導率の優れたT-cBN ( Translucent Cubic Boron Nitride ; 住友電工製 ) 等、他の種類のBNについても解析・実験を含めた研究を継続していく予定である。

(高橋 直)

### 3. アンジュレータビームライン用分光第一結晶の開発

#### 3.1. 研究経緯と目的

SPring-8における分光第一結晶の熱負荷対策として、水冷ピンポスト結晶と回転傾斜配置を組み合わせた方式と、液体窒素による結晶冷却方式がビームラインの特性に合わせて使い分けられている。

水冷ピンポスト方式の特徴は、ランニングコストが低く抑えられ、冷却装置等の取扱い、保守等が比較的容易であることである。昨年度までに、冷却水の圧力による結晶の変形を抑えるためのピンポストパターンの変更や、材料のSiインゴットの大型化を考慮してクランプによる歪みを軽減するためのデザインの変更等を行ってきた。開発初期から継続してきた接合方法の改良とともに分光後のビームの強度は予測値とほぼ一致するまでに改良されたが、その密度や一様性は十分とはいえない状況にあった。性能の向上のためには、接合面の平坦度を上げる必要があり、2000年度はこの点を重点的に改良した。

一方、液体窒素による結晶冷却方法は、Si結晶が液体窒素温度領域で熱膨張係数が0に近づくこと、熱伝達係数が向上することなどを利用した冷却法で、本質的に加工歪みを伴わない利点がある。液体窒素冷却ではSiの分光器第一結晶および第二結晶の冷却は間接冷却であり、液体窒素で冷却した銅ブロックに接触させて冷却する。この方式で、第一結晶の結晶表面の熱負荷密度で70 W/mm<sup>2</sup>までの冷却が可能である。今年度は、液体窒素循環冷却装置の新設、液体窒素連続供給装置の設置を行った。

#### 3.2. 実施内容と成果・評価

ピンポスト結晶は、ピンポスト加工を施したトッププレートと水路加工を施したベースプレートを接合して製作される。各結晶は加工歪みを除去するため、接合前に無歪み研磨を行う必要がある。昨年度までは分光結晶としては標準的な研磨方法(ラッピング+メカノケミカルポリッシング(MCP))で加工したが、3次元形状測定の結果、最大で4 μmの高低差が生じていた。ビームライン等での性能評価から、この高低差と接合後の残留歪みの関係が明らか

になった。今年度初頭から、半導体メーカーへの委託研究として、以下の2つの方向で研磨方法の改良を行った。ひとつは従来の加工方法の高度化として、MCP装置と3次元形状測定機を組み合わせ、平坦度を得るのに適切なMCPパラメータを取得することであり、今年度末で高低差はピンポスト加工面で0.4 μm以内に抑えることが可能になった。もうひとつの方向は、平坦度を得るために無歪みをある程度犠牲にして研磨した後、MCPで無歪みにする方法である。この方法では、限界に近いと思われる高低差0.1 μm以内が可能になった。

平坦度の向上に伴い、接合方法もより高度な方法へ移行させることが可能になった。拡散接合には金の箔(厚さ10 μmおよび6 μm)、スパッタ(厚さ2.5 μm)および蒸着(厚さ0.4 μm)を用いる方法を開発してきた。試験結果によれば接合材料が薄い方が一様に接合されるので、結晶表面の平坦度の向上に応じて膜厚を小さくした。今年度末には、高低差0.1 μm以内の結晶を蒸着で接合したものが数組製作された。

上記の改良がなされる毎に、委託業者と所内研究者により独立に評価が行われた。委託業者においては、上記の平坦度評価の他に、超音波測定機による接合状態の評価や耐圧試験が行われた。所内では長尺ビームラインにおいて、結晶の表面(311)面のロッキングカーブやトポグラフによる結晶の性能が評価された。(311)面は残留歪みの影響が最も大きいと考えられる面である。波長0.63 のX線に対するロッキングカーブの半値全幅は、ダーウィン幅1.1秒に対して、今年度初頭製作品の4.1秒から今年度末には1.4秒まで向上した。ビームラインで使用する(111)面は結晶表面とは80°傾いているため、残留歪みの影響は更に小さくなる。

上記の平坦度向上および接合試験の他に、熱伝達や格子の熱歪みに関するシミュレーションも行った。現状の標準アンジュレータビームラインにおける最大放射パワー密度~500 W/mm<sup>2</sup>に対して、現在のデザインが有効であることを確認した。今後想定される更にパワーのある挿入光源に対しても、ピンポストのデザインを変えることで対応が可能になると試算され、ピンポストパターンを現在の円形ピンの碁盤目配置からティアドロップ型ピンの千鳥目配置に変更したデザインを考案し、結晶の加工を行った。

分光結晶冷却用の液体窒素循環冷却装置が新たに3つのビームラインに設置された。BL19LXUとBL20XUには最大300 Wの、BL13XUには最大450 Wの冷却能力の装置が設置された。液体窒素はヘリウム冷凍機に取り付けられた熱交換機により冷却されて、分光結晶との間を循環する。液体窒素温度は冷凍機と熱交換機に設けたヒータにより制御され、冷却運転中において液体窒素は消費しないため、液体窒素の補充は不要である。

BL47XUにセルフアからの液体窒素を連続供給する装置

を設置した。このビームラインの液体窒素循環冷却装置では、循環する液体窒素の配管が液体窒素浴内を通っている。循環窒素の冷却は、配管と浴内の液体窒素との接触部分における浴内の窒素の蒸発により行われるため、常時液体窒素を消費する。この蒸発する液体窒素量は通常1日当たり250 ℓ程度であり、実験中は複数のセルフアを切り替えて補充するが、この切り替えのタイミングは、分光器への熱負荷の変動により一定しないため、実験担当者にとって煩わしいものであった。そこで、窒素補充時のトラブルを無くし、更には実験者の負担を軽減するために、セルフアの残量を計量して自動的に切り替える装置を設置した。これにより、最大6台のセルフアを自動的に切り替えることができ、4日間の自動供給が可能になった。

(後藤 俊治、石川 哲也)

#### 4. 高時間分解能測定用高速シャッタ

##### 4.1. 研究経緯と目的

SPring-8では高い輝度のX線が利用可能なため、試料の構造変化等をその回折および散乱の時間変化から、高い時間分解能で解析する時分割実験を行うことが可能である。このような実験をより高い時間分解能で実現するためには、X線を非常に短い時間幅のパルス状に整形して試料に入射し、一つの回折像あるいは散乱パターンの露光時間をより短くする必要がある。そのため本年度は高速で開閉するシャッタを開発した。この高速シャッタを用いることにより、より高い時間分解能の時分割実験が可能になるだけでなく、試料のX線照射によるダメージも低減させることができる。

##### 4.2. 実施内容と成果・評価

開発した高速シャッタは回転チョッパ式の超高速シャッタとガルバノ式高速シャッタとを組み合わせた機構になっている。このシャッタは高フラックスビームライン(BL40XU)に設置され調整および性能評価された。ガルバノ式高速シャッタの開閉時間をHeを流したイオンチェンバを用いて測定した結果、2 ms以下で開閉していることがわかった。

回転チョッパ式の超高速X線シャッタによって切り出されるパルス状X線のパルス幅をPINダイオードで測定した結果、パルス幅は最短で約5 μsであることが明らかになった。この回転チョッパ式高速シャッタにより、5 μsのパルス幅を持つX線を3.4 ms間隔で連続的に切り出すことができる。X線のパルス幅は、回転チョッパ式高速シャッタの回転板に開けられた大きさの違う開口を選ぶことにより長くすることができる。

これらの2種類のシャッタを同期させて用いると、任意の時間に任意の幅を持ったX線を取り出すことができる。このようなX線を用いて、筋繊維の収縮中の構造変化、機

能発現時の蛋白質構造変化の時分割測定、および蛋白質の機能発現中に非常に早い時間領域で観察される構造中間体の解明などの研究が行われ、これまで到達できなかった時間分解能で新しい現象が次々と見出された。

(八木 直人)

#### 5. 挿入光源用水冷4象限スリット

##### 5.1. 研究経緯と目的

4象限スリットはビームラインにおいてX線を整形し、寄生散乱を除去するために用いられる。このような目的のため、4象限スリットは必要不可欠なビームラインコンポーネントであるが、特に高輝度・高強度X線を利用するビームラインにおいて整形されたX線を寄生散乱の影響なく安定に実験に使用するためには、X線による熱負荷のためにスリットのブレードが変形する、あるいは破壊されるようなことがなく、安定に動作するように設計されなければならない。このような要求を満たし高輝度X線の使用にも耐えられるような水冷4象限スリットを開発した。

##### 5.2. 実施内容と成果・評価

これまでのスリット製作および使用の経験から、スリットの各ブレードは上下方向、水平方向ともにパルスモータの回転をボールねじにより並進運動に変換する直線導入機を用いて滑らかに駆動するように設計された。

上下スリットブレードの駆動機構および信号コネクタは真空チェンバ上部に取りつける一枚のICFフランジに、左右スリットブレードの駆動機構および信号コネクタはチェンバ側部に取りつける一枚のICFフランジにそれぞれまとめて配置されており、このフランジ面だけを取り外すことによって駆動機構、およびブレード周辺のメンテナンスが行える構造とした。直線導入機には、真空チェンバ内にガイドが無くロッドのみでブレードを保持、駆動する機構のものが導入された。

スリットブレードはTa製で、それぞれ駆動機構から単独で着脱できるものになっている。それぞれのスリットブレードは、冷却用に水冷配管された厚さ10 mmの銅ブロックに取りつけられ、間接的に冷却されるよう設計された。今回この冷却配管を従来の水冷スリットより放射線損傷を受けにくい構造になるよう設計した。

この水冷スリットは高フラックスビームライン(BL40XU)の光学ハッチ内に設置された。BL40XUはヘリカルアンジュレータを光源としモノクロメータを用いない構成のビームラインで、これまででない大強度のX線の利用を目的として建設された。輸送チャンネルを通ってくるX線が大強度であるため、ビームの整形に用いるスリットは水冷される必要がある。実際に開発した水冷スリットを用いたところ、ロッドのみで保持されたブレードは、ロッドのたわみなどによって生じる駆動時の障害なども全く見

られず非常にスムーズに駆動した。また、X線の熱負荷によるブレードのひずみ、破損なども全く観察されなかった。  
(後藤 俊治、石川 哲也)

## 6. 検出器

### 6.1. 高速CCD検出器

本検出器はX線検出部のベリリウム窓付き6インチX線イメージンシファイアと、3板式CCDカメラからなる。SPring-8と(株)浜松ホトニクスで共同開発したものである。

#### (1) 低残光X線イメージンシファイア

X線イメージンシファイアは蛍光体を使ってX線を可視光に変換するが、高速性を重視する検出器では蛍光体の反応が遅いため十分な時間分解能が得られないという問題が指摘されてきた。この問題を解決するために、高速CCD検出器ではX線イメージンシファイアの出力蛍光面にP46という残光の非常に短い蛍光体を使用した。これによって1 msを切るような高速の時分割実験でも残光をほとんど気にする必要はなくなった。

このX線イメージンシファイアは、一般に医療用に使われているものをベースに、入力面をアルミニウムからベリリウムに代えたものである。X線入射面の直径は150 mmである。

#### (2) 3板式CCDカメラ

高速CCD検出器は3つのインターライン型CCDから成る。レンズを通してカメラに入った光はプリズムによって3つに分けられ、3つのCCDに入射する。すなわち3つのCCDはすべて同一の画像を記録している。3つのCCDはそれぞれ独立に動作させると毎秒約97フレームの速度で連続して画像を記録できる。3つのCCDの露光と読み出しのタイミングをずらすことによって、この3倍、毎秒約290フレームの速度で連続記録が可能である。

各CCDは640×480ピクセルを持っているが、垂直方向の画素数を減らすことによってさらに高速の撮影が可能で

ある。640×72ピクセルでは0.53 ms、640×18ピクセルでは0.18 msごとの撮影が可能となっている。

この検出器はBL40XUに設置され、現在主に筋肉の時分割X線回折実験に使われている。

### 6.2. 大面積高速イメージングプレート検出器

イメージングプレートは、広いダイナミックレンジと大きな検出エリアを持つという特長があり、X線の回折・散乱を記録するために使われている。イメージングプレートの欠点は記録した画像を読み出すのに時間がかかることで、従来の検出器では1分以下の露出時間で回折像を記録しても読み出しに4、5分かかっていた。この欠点を改善するために、新型イメージングプレート検出器(RAXIS-V)は3枚のイメージングプレートを持ち、X線露出と読み出しと消去を同時に行えるようにした。さらに読み出しのためのレーザー光を二本にするなどの改良を行ない、400 mm角のイメージングプレートを100ミクロン角のピクセルで、50秒で読み取れるようになった。これにより、プレートの消去等を含めたターンアラウンドは65秒となり、従来に比べて大幅に短縮された。

RAXIS-Vは、理化学研究所と(株)リガクで共同開発され、現在SPring-8に3台納入されている。BL45XUやBL24XUなどのタンパク質結晶構造解析ビームラインで、特に高分解能回折データの収集に使用されている。

(八木 直人)

