

# KEK放射光利用技術入門コース

## - 粉末X線回折による結晶構造解析 -

### < 2 . ビームライン実習 ( 1 ) >

本コースは4章からなる。2章では、ビームライン実習(1)として、BL-8Bの概要と、このラインにおける回折計の光学アライメント、標準試料である $\text{CeO}_2$ による波長校正について述べる。

Nanotech CUPAL KEK 事務局

# 目 次

- 2 . ビームライン実習 ( 1 )
  - 2 . 1 ビームライン概要
  - 2 . 2 光学調整
    - 2 . 2 ( 1 ) BL-8Bにおける回折計  
の光学アライメント
    - 2 . 2 ( 2 )  $\text{CeO}_2$ による波長校正

## 2.1 ビームライン概要

BL-8Bは、低温、高圧あるいはそれらを組み合わせた極限条件下に置かれた、新物質などの単結晶/粉末試料からの回折を精度よく測定することを目的としている。



現在、本ステーションで行われている研究の一部には次のようなものがある。

1. 分子性導体、フラーレン、等の有機結晶における構造と相転移機構の研究
2. スピン、軌道、等の多自由度を有する強相関電子系における交差相関物性の研究
3. 精密構造解析による電子密度レベルでの構造研究
4. 電池材料の構造物性研究

このように、本ステーションのアクティビティは、構造解析のみならず、回折実験を物性研究の一手段として利用することが多い。

BL-8Bの光学系は、分光を行うモノクロメーターと、集光を行うミラーから構成されている。分光はシリコン(111)のフラットな2枚の結晶を使い、その下流にはRhをコーティングしたシリコンのシリンドリカルミラーをベントさせることによって、縦横同時集光を行っている。

# BL-8Bの光学系

光源(ベンディングマグネット) + 四象限スリット + モノクロメーター  
+ ミラー(各コンポーネントの間に蛍光板モニター)

LINAC (Linear Accelerator)

Storage Ring  
(2.5 GeV / 450 mA)

Bending Magnet

Si(111)  
Double Crystal  
Monochromator

Cylindrically Bended  
Focusing Mirror

to sample position

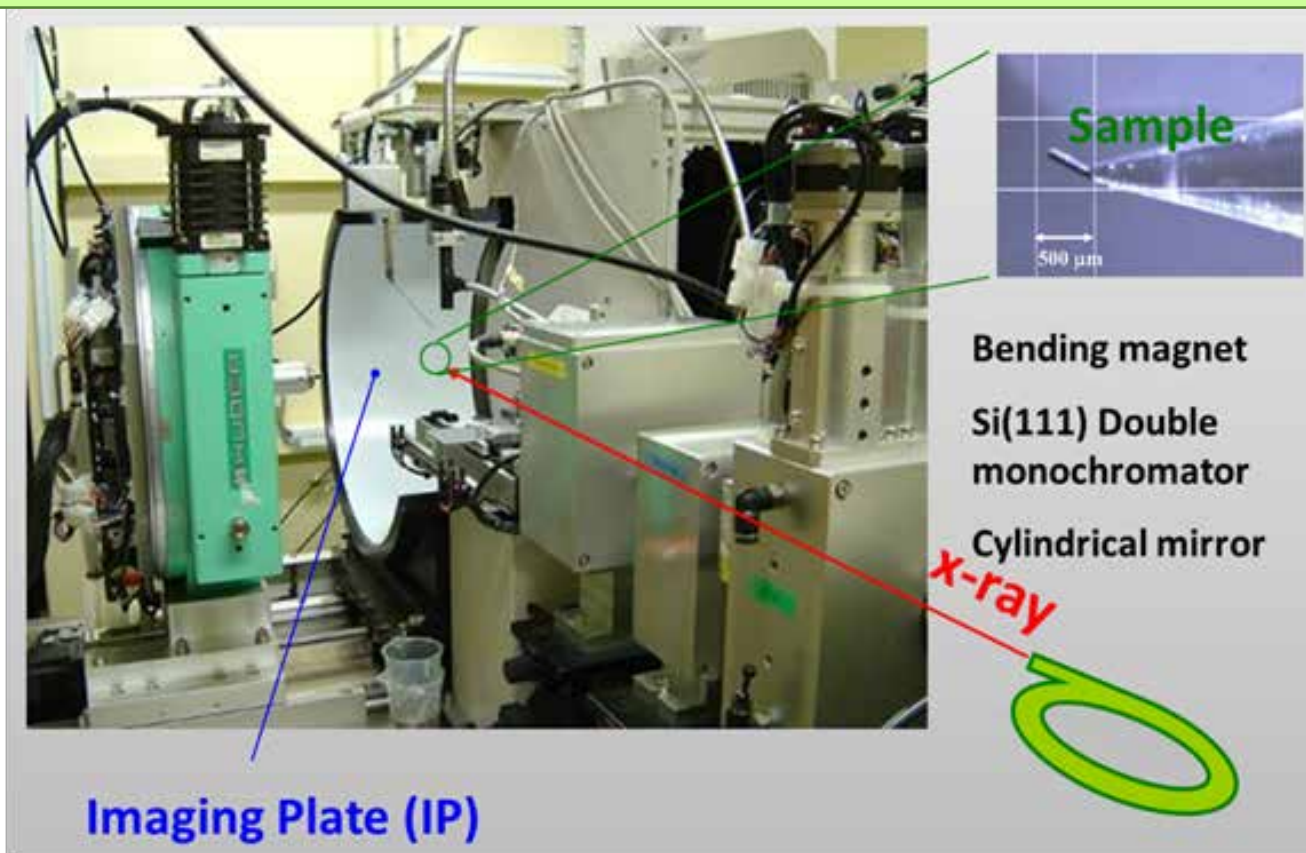
蛍光板モニター

X線回折計

エネルギー領域 : 6 keV ~ 21 keV  
エネルギー分解能 :  $\Delta E / E = 3 \times 10^{-4}$   
ビームサイズ : vertical 0.3 mm × horizontal 0.5 mm  
アクセプタンス : vertical 0.2 mrad × horizontal 2 mrad



# X線回折計

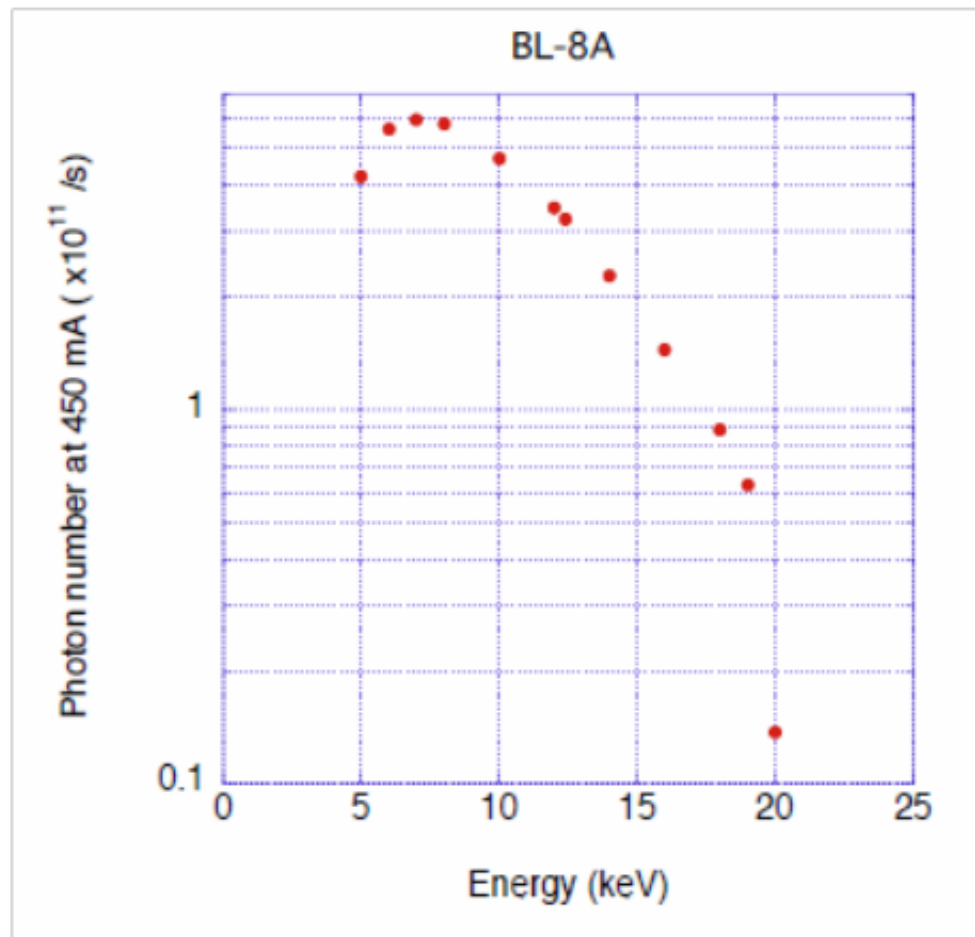


リガク社製大型IPデバイスカメラ(カメラ半径191.3mm)が常設されている。  
汎用装置として迅速にかつ精密に測定が行えるように設計されている。  
構造上、デリケートな部分もあるので、実験前には十分に構造を理解することが必要である。冷凍機、Heガス吹きつけ冷却装置、ダイヤモンドアンビルセルが取り付け可能である。

# フォトンフラックス@BL-8A (BL-8Bもほぼ同等)

放射光X線は通常の実験室X線に比べ数桁以上高強度であることが特徴であり、そのX線の強度を表す単位としてフォトン数/秒を、さらに単位面積当たりの強度としてフォトン数/mm<sup>2</sup>/秒を用いることもある。

BL-8Aでは5keV ( $\lambda=0.2480\text{nm}$ ) ~ 20keV ( $\lambda=0.0620\text{nm}$ ) のエネルギー領域で右図のようなX線強度が得られている。8Bにおいてもほぼ同等のX線強度が得られる。



## 2.2 光学調整(1)

### 2.2(1) BL-8Bにおける回折計の光学アライメント

**必ずビームライン担当者の監督の下で行うこと!!!**

#### 現在の光学セッティングの確認

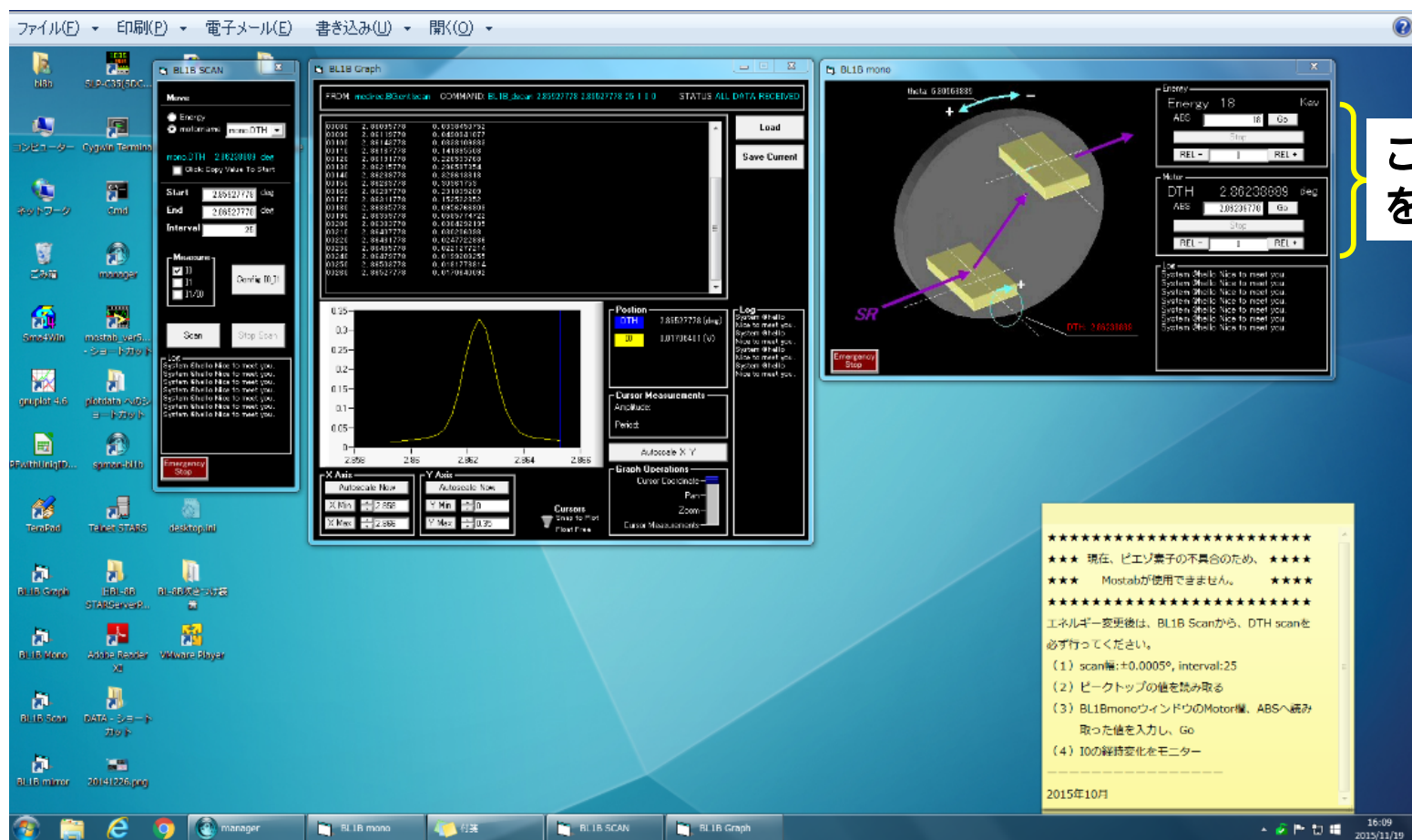
- ・波長を変更する前に現在(前のユーザー)のセッティングで光が通ることを確認する。
- ・コリメータ 0.1 double (0.1W) を取り付ける。
- ・イオンチェンバー(IC)をマグネットチャックで回折計下流に固定する。
- ・ハッチから退出して光を出し、RAXIS ソフトウェア上でシャッターオープン。
- ・回折計に正しく入っていれば、I0 及び I1 にそれぞれ値が表示される。

#### 波長変更

- ・モノクロメータ制御用プログラム(次ページの右上に表示されるモノクロの数字を調整)
- ・Energy の欄に、現在のエネルギーが表示される。使用したいエネルギーを ABS に KeV 単位で入力し、Go ボタンを押すと、モノクロの角度が移動し、放射光のエネルギー(波長)が変わる。モノクロの熱負荷が安定するまで数分から 10 分ほど待つ。
- ・“BL-8B-scan” プログラムにて DTH (二結晶間微調角度) を最適化する。  
(失敗した際のダメージが大きいため、DTH 調整についてはスタッフが行う。)

## 2.2 光学調整(2)

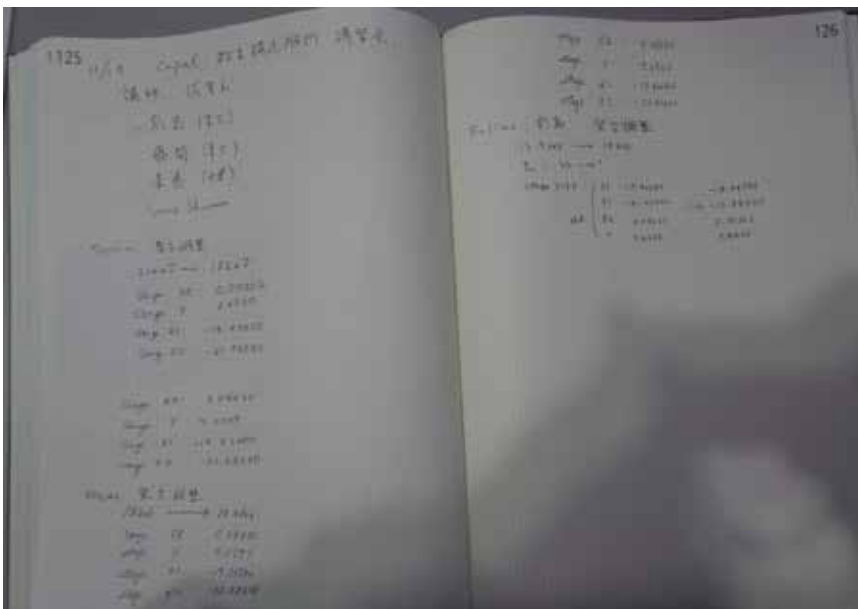
調整用パソコンにより、以下の画面から行う。



## 2.2 光学調整(3)

### 架台調整

- ・ I1 に強度がモニタされていることを確認。
- ・ RAXIS の基本画面右側に、Gstandタブをクリックし架台モータの値を表示する。
- ・ RZ、Y、Z1、Z2 各モータの値を**ビームラインノートに記入(必ず行う)**する。
- ・ 回折計における座標系は、ビーム方向を x 軸(ビームの進行方向が +x)、鉛直方向を z 軸(上が +z)、水平方向が y 軸(+y 方向は右手系になるようにとるので、BL-9 方向が+y)。【次ページの図を参照】この座標系は、回折計架台と $\omega=0$ におけるゴニオにおける座標の取り方でも共通



### ビームラインノート

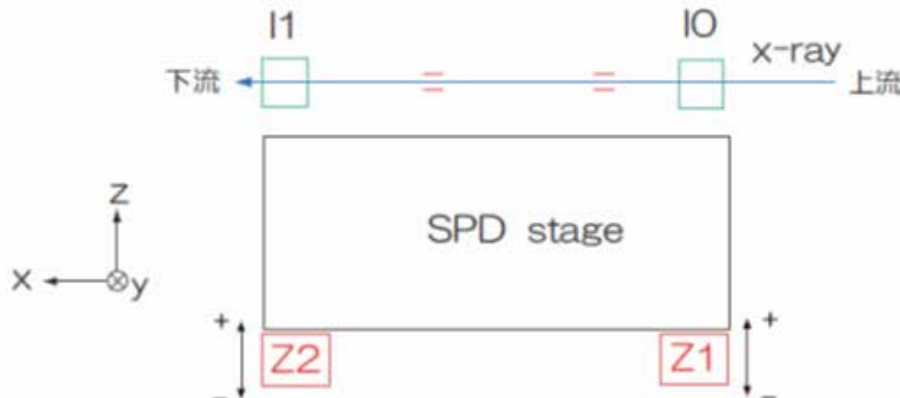
BL-8Bに常設。ライン実験者がライン情報を共用できるよう必ず記述する。



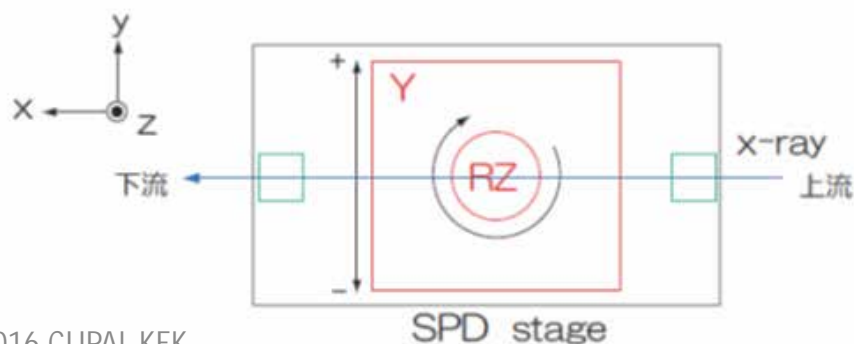
## 2.2 光学調整(4)

### 架台の軸移動

横から見た図



上から見た図



- ・ 架台の各モータは、RZ: z 軸周りの回転、Y: y 軸並進、Z1: 回折計上流側 z 軸並進モータ、Z2: 回折計下流側 z 軸並進モータ
- ・ 架台調整で使用する“軸”は、Rz、Y、Z1Z2、RY の 4 軸
- ・ Rz、Y はそれぞれ、Rz モータ、Y モータそのままの軸
- ・ Z1Z2 は、Z1、Z2 をそれぞれ同じ方向に同じ距離動かす仮想軸であり、z 方向の並進を行う軸
- ・ RY は、Z1、Z2 をそれぞれ逆方向に同じ距離動かす仮想軸であり、Y 軸周りの回転軸に相当する軸
- ・ Z1Z2、RY は、2 つのモータを同期させて動かす仮想軸であるが、いずれの軸も Z1 のモータの値を基準にして指定する

## 2.2 光学調整(5)

- ・ RAXIS の、manual → maintenance → move&scan → stage で下のウインドウが表示される。



- ・ 架台調整で使用するラジオボタンは“move”と“scan\_ic2”の2つ。
- ・ “move”はその軸を駆動させ、“scan\_ic2”は、その下のテキストボックス群で指定される数値に従って、I1の強度を指定軸でスキャンする操作。
  - ラジオボタンが“move”の場合  
“Position or pulse”に入力した値の位置に指定した軸を移動させる。  
他のテキストボックスに入っている数値は一切関係ない。
  - ラジオボタンが“scan\_ic2”の場合  
“Position or pulse”の位置を中心に、±“width”の幅を、“step”数で、一点につき“FT time”秒でステップスキャンを行う。

## 2.2 光学調整(6)

### 例) RY の最適化

- ・ Position or Pulse に、現在の値(Z1 の値)を入力
- ・ width に 0.5 を入力
- ・ step に 20 を入力
- ・ FT は 1.0
- ・ この条件で OK を押すと、RY 軸でのスキャンが始まる。
- ・ スキャン終了後、Displayプログラムのメニューの赤字“graph”を押すと、スキャンの結果が表示される。最大値の値及び半値から見積もったピークセンターも表示される。
- ・ グラフからピークトップあるいはピークセンターを読み取り、その値をPosition or pulse のテキストボックスに入力する。
- ・ ラジオボタンを move に変えて OK をクリックすると、架台が動く。



## 2.2 光学調整(7)

- ・ 同様の操作を他の軸に対して行う。Z1Z2-RYの組み合わせ、Y-RZの組み合わせでそれぞれ最適な位置に架台を動かし、各モータの値が収束したら架台調整完了(通常、スキャン幅は0.1W コリメータを使用している場合)、Rzのみ0.1程度、他は0.5程度)。
- ・ Rzのみバックラッシュがあるため、一度マイナス側に動かしたあと最適値に動かす。スキャンの結果最適値が現在値のままであった場合もバックラッシュを解消するためにこの動作を行うこと(width = 0.1でスキャンしている場合、現在値から0.1小さい値までmoveで動かして、再度現在値もしくは最適値にmoveで動かす)。
- ・ 架台調整終了後のRZ, Y, Z1, Z2, I0, I1の値をビームラインノートに記入。特殊な運転モードの場合は、運転モードとリングカレントも記入する。これらの情報はトラブルがあった際に原因究明に有効なので、必ず行うこと。

## 2.2 光学調整(8)

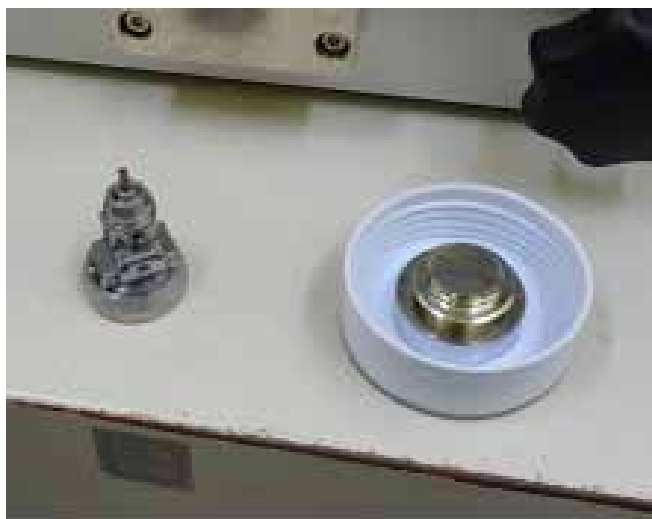
### 2.2(2) $\text{CeO}_2$ による波長校正

放射光は使用のたびに波長を変更するので、必要があれば標準試料で波長を校正する。BL-8Bではユーザーがそれぞれの方法で波長を校正しているが、ここでは標準試料として $\text{CeO}_2$ 粉末試料を利用する方法を紹介する。

測定方法、解析方法については粉末試料の測定方法と同じなので、説明を割愛する。



BL-8Bに常備されている $\text{CeO}_2$ 粉末試料



$\text{CeO}_2$ 粉末試料のセット

## 粉末X線回折第2部 / 全4部

資料作成・監修

KEK物質構造科学研究所 熊井玲児 教授

KEK物質構造科学研究所 佐賀山基 准教授

Nanotech CUPAL KEK 事務局

2016年6月6日作成