

# X線ビームラインの立ち上げ・調整

小山篤

高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所

## 概要

放射光科学研究施設には約 60 本のビームラインがあり、そのうち約 40 本が X 線用のビームラインです。X 線用のビームラインには、放射光リングより放射される X 線から、実験に必要なエネルギーの X 線を取り出すための分光器、広がりを持った X 線を試料に集めるためのミラーなどのビームラインコンポーネントが設置されています。それらは実験の種類によって、その実験に必要な X 線が得られるように調整する必要があります。今回は、一般的なビームラインである BL-9C で行っている光学系の調整方法についてまとめましたので報告いたします。

## 1 BL-9C の概略

図 1 は BL-9C のビームラインのうち、光源点から約 13m より下流の側面図です。また、図 2 は主なコンポーネントのみを取り出した X 線の光路の図です。

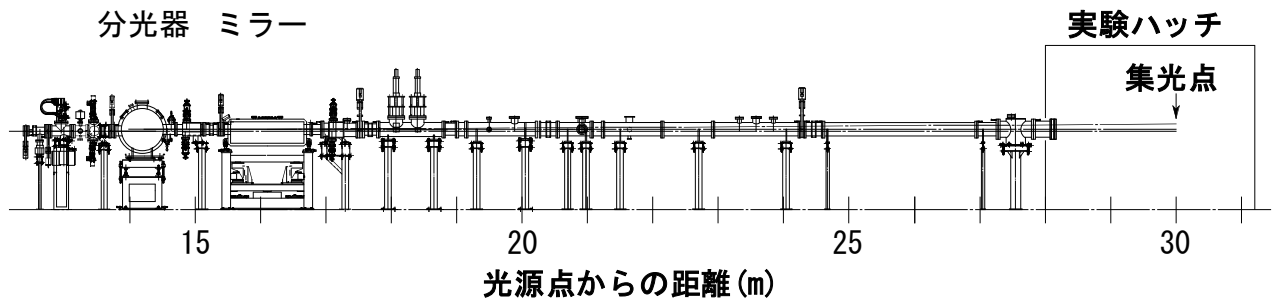


図 1 BL-9C の側面図

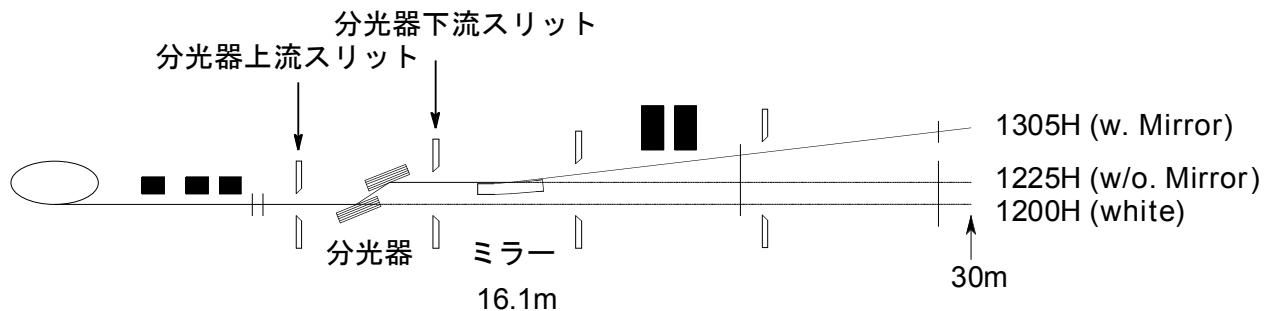


図 2 BL-9C の光路の図

BL-9C では分光器が光源点より約 14.2m の地点に設置されています。床面から 1200mm の高さで放射光リングより放射される X 線は、分光器で 25mm 上がり 1225mm の高さになります。さらに X 線は 16.1m 地点に設置されたミラーにより 5.78mrad の角度で跳ね上げられ、光源点より 30.0m 地点の集光点では床面より約 1305.3mm の高さとなります。X 線の実験は実験ハッチ（鉄などでできた小部屋）の中で行いますが、集光点はこのハッチの中央付近になるように設計されています。

このビームラインでは放射光リングから出てくるすべてのエネルギーの X 線を使用する実験を行うために、分光器の第 1 結晶とミラーを下げ、X 線をそのまま実験ハッチに導くことができます。また、分光器の調整のため、ミラーを下げた分光器からの X 線を直接実験ハッチに導くこともできるようになっています(図 2)。

ビームラインには X 線の大きさを制限するスリットが 4 カ所に設置されています。

## 2 分光器の原理と調整方法

X 線用のビームラインではシリコンなどの結晶を使って分光を行います。シリコン結晶に  $\theta$  の入射角で X 線を入射したとき、ブラッグの法則により反射される X 線は

$$2d \sin\theta = n\lambda = 12.4n/E \text{ -----式 (1)}$$

の式を満たす X 線のみとなります。

d : 結晶の格子定数 (シリコン(111)面の場合 3.136 オングストローム)

$\theta$  : 分光結晶への X 線の入射角

n : 整数

$\lambda$  : 反射される X 線の波長 (オングストローム)

E : 反射される X 線のエネルギー (keV)

さらに第 1 結晶で反射された X 線を第 2 結晶へ入射すると、その入射角が第 1 結晶への入射角と同じになっている時だけ X 線が反射されます。2 枚の結晶の平行度は 1 秒以下の精度で調整する必要があり、第 2 結晶から反射されて出てくる X 線の強度が最大になるように 2 枚の結晶の平行度を調整します。

また、 $\theta$  と直交する方向の平行度も  $\theta$  ほどの精度は必要ないものの調整が必要です。その調整がうまくいっていない場合には 2 枚の結晶の  $\theta$  を同時に動かしたときに、分光器から反射される X 線の方が水平方向に動いてしまいます。そのため、 $\theta$  を大きく変えた時も X 線が水平方向に動かないように 2 枚の結晶のこの方向の平行度も調整します。

2 枚の結晶は平行なので、分光器から出射される X 線は入射する X 線と高さは変わりますが、方向は変わりません。

式 (1) で n は通常 1 で用いますが、それ以外の整数も上記の式を満たすため、目的のエネルギーの X 線の他に 3 倍、4 倍などのエネルギーの X 線も同時に反射されます。これらは高調波と呼ばれ、実験に悪い影響を与えます。なお、分光結晶にシリコン(111)面を使用した場合は、シリコンの結晶構造の特徴から 2 倍のエネルギーの X 線は反射されません。

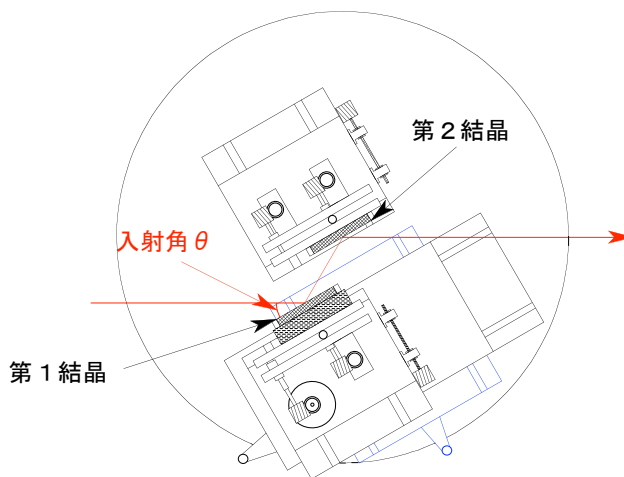


図 3 2 結晶分光器

### 3 ミラーの原理と調整方法

分光器の下流にはミラーがあります。BL-9C のミラーは長さ 1m のシリコンを雨どい型に加工し、表面にロジウムをコーティングしています。この雨どい型の溝(曲率半径  $R_s$ )で X 線の横方向の広がりを集光します。縦方向はミラーの長手方向を、力を加え曲げることにより曲面(曲率半径  $R_m$ )を作り、それにより集光させます。それぞれの曲率半径  $R_s$ 、 $R_m$  は光源点からミラーまでの距離を  $p$ 、ミラーから集光点までの距離を  $q$ 、ミラーへの入射角を  $\theta$  とすると式(2)で表すことができます。

$$R_s = \frac{2pq}{p+q} \sin\theta \quad R_m = R_s / \sin^2\theta \quad \text{-----式(2)}$$

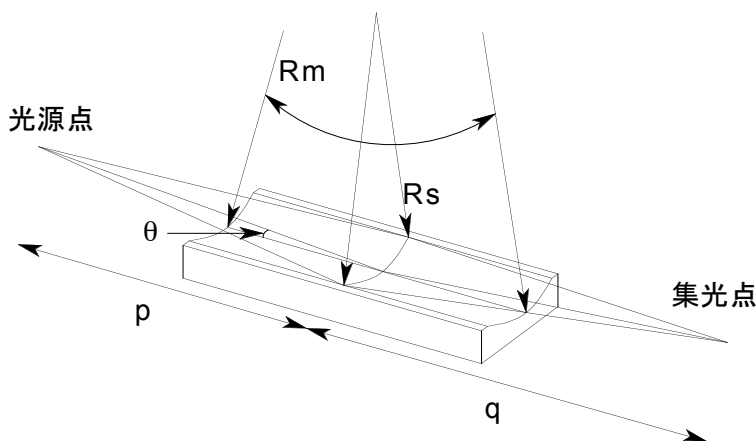


図4 ミラーを用いた集光

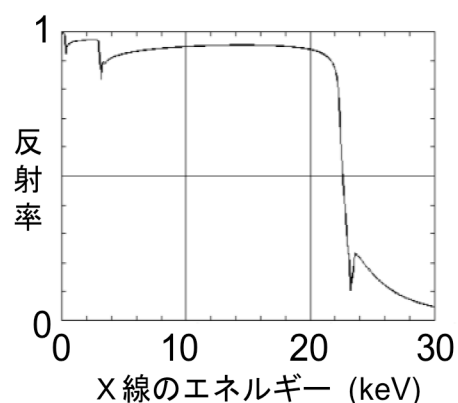


図5 ミラーへの入射角による X 線の吸収率の変化

なお、BL-9C では  $p=16.1\text{m}$ 、 $q=13.9\text{m}$  ですので、 $\theta=2.89\text{mrad}$  とすると、ミラーの 2 つの曲率半径を  $R_m=5162\text{m}$ 、 $R_s=43.1\text{mm}$  としなければなりません。

また、X 線のそれぞれのエネルギーによるミラーの反射率は、X 線のミラーへの入射角とミラー表面のコーティング物質によりほぼ決まります。BL-9C のミラーはロジウムをコーティングし、入射角は  $2.89\text{mrad}$  ですので、反射率は図5のようになります ([http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/mirror2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/mirror2.html) に入力して求めた)。この図からわかるように、 $22\text{keV}$  以上の X 線の反射率は非常に小さくなります。ミラーへの入射角を  $0.1\text{mrad}$  ずらして反射率の図を書くと、反射率が小さくなる位置が  $0.3\text{keV}$  程度ずれることがわかるため、ミラーの傾きの調整は  $0.1\text{mrad}$  以下の精度で行わなければなりません。BL-9C のミラーの長さは  $1\text{m}$  ですので、 $0.1\text{mrad}$  の精度を出すためにはミラーの上下流端の高さを  $0.1\text{mm}$  以下の精度で調整する必要があります。

分光器で分光された X 線には目的のエネルギーの 3 倍、4 倍などのエネルギーを持った高調波が含まれますが、ミラーにより高調波を非常に小さくすることができます。BL-9C では、たとえば  $10\text{keV}$  の X 線がミラーで反射された場合、 $10\text{keV}$  の X 線のミラーでの反射率は 90% 以上ありますが、3 倍のエネルギーである  $30\text{keV}$  のエネルギーの高調波の反射率は 5% ぐらいしかありません。BL-9C では約  $21\text{keV}$  までの X 線を使用しますので、X 線のミラーへの入射角を  $2.89\text{mrad}$  として、 $22\text{keV}$  以上の X 線は減衰させるようにしています。ミラーへの入射角が高角側にずれると実験に使う側のエネルギーの X 線の反射率が落ちてしまうため、ミラーの角度を正確に合わせる必要があります。

ミラーの長手方向の軸と X 線の光軸の方向を一致させることも非常に重要です。写真 1 に実験ハッチ内に設置した X 線カメラにより撮影した X 線の写真を示します。

2 つの軸が 0.02mrad ずれただけで X 線の像はゆがみ、ビームの集光もうまくいかなくなってしまうようですがわかります。ミラーの長手方向の軸の調整は、X 線カメラの画像を見ながら、集光された X 線の形が左右対称になるように行います。

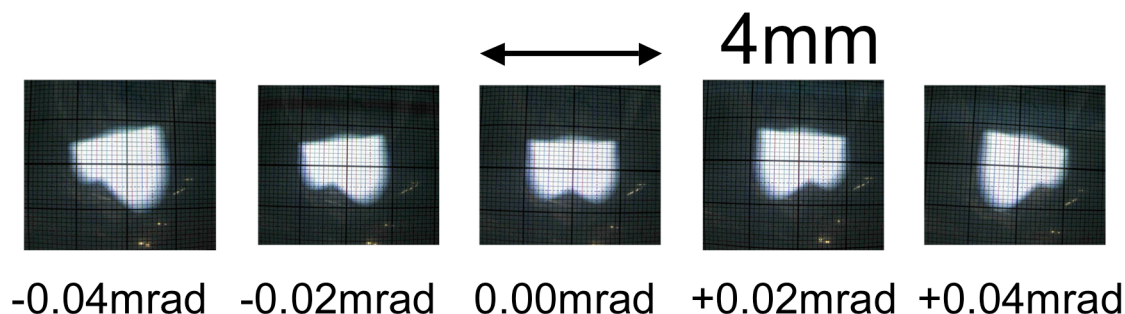


写真 1 ミラーの軸と X 線の光軸の調整

#### 4 実験の種類による調整方法

BL-9C では主に XAFS (X 線吸収微細構造、X-ray absorption fine structure) と小角散乱の実験が行われています。どちらの実験を行うかにより、要求される X 線の性質が異なるため、実験に合わせた光学系の調整が必要になります。

##### 4.1 小角散乱実験時の調整

BL-9C での小角散乱実験では約 8.9keV の X 線を使用しています。ミラーの反射率が大きく変化するのは 22keV 付近ですので、8.9keV はそこから大きく離れていますし、8.9keV の高調波も 3 倍波(n=3)が 26.7keV で、ミラーによる吸収が大きくなるエネルギーよりかなり大きく、ミラーの傾きの調整が少しずれても実験に使用するエネルギーの X 線は反射され、また高調波は減衰させることができます。

一方、小角散乱の実験では X 線の集光サイズが小さいことが求められます。式 (2) を変形すると、ミラーから集光点までの距離  $q$  は

$$q = R_s p / (2p \sin\theta - R_s) \quad \text{-----式 (3)}$$

と表すことができます。  $p$  (光源点からミラーまでの距離) と  $R_s$  (X 線と直角方向のミラーの曲率半径) は一定ですが、この式はミラーの傾き  $\theta$  を少し変化させることにより、集光位置を上下流方向に調整できることを表しています。横方向を 0.2mm 程度に絞ったスリットを集光点付近で上下流方向に動かして、スリットを抜けてくる X 線の量を測定することにより、横方向の集光点がどこになっているかを 1cm 程度の精度で測定することができます。ミラーの傾きを 2.89mrad から少しずつかえて、集光させたい位置にスリットを置いた時のビーム強度が極大になるように横方向の集光位置を調整します (図 6)。図 6 より、横集光位置の調整には 0.001mrad 程度の精度が必要であることがわかります。これは長さ 1m のミラーの片方を 1 ミクロンの精度で調整することになります。

縦方向の集光は、ミラーの長手方向の曲率  $R_m$  を付けるためにミラーに加えている力を調整することにより行います。

これらの集光調整によって、集光点でのビームサイズは横幅 1.3mm、上下幅 0.6mm 程度にすることが可能です (図 7)。

図 6  
ミラーの傾きを変えたときの水平方向集光位置の変化

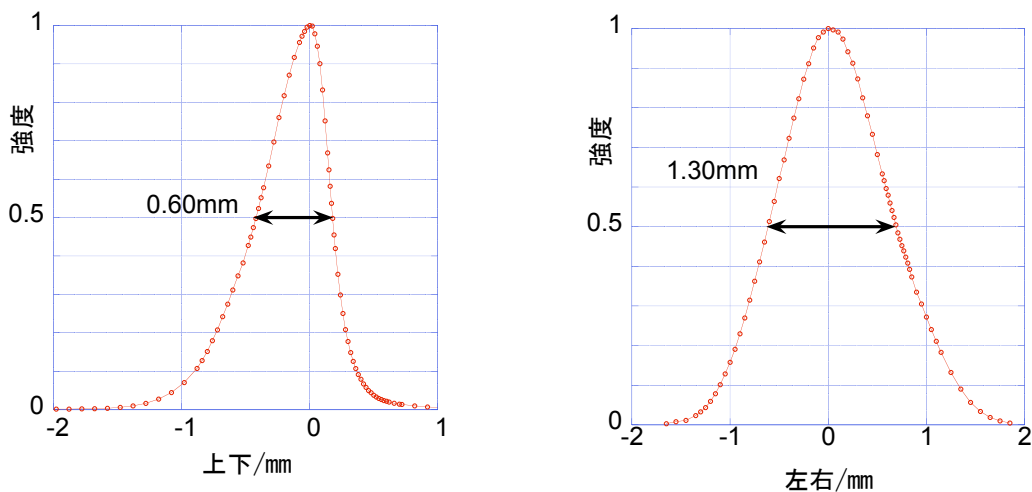
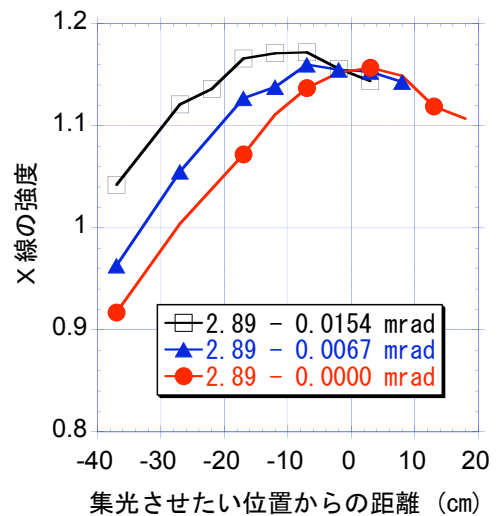


図 7 集光点での X 線の大きさ

#### 4.2 XAFS 実験を行うときの調整

BL-9C での XAFS 実験では約 21keV までのエネルギーの X 線を使います。ミラーの反射率が大きく落ちるのは 22keV 付近ですので、ミラーへの入射角を 0.1mrad 以下の精度で正確に調整する必要があります。調整はミラーを光軸から抜いた時と入れた時の X 線の高さの差を測定することで行います。ミラーから集光点までの距離  $q$  は BL-9C では 13.9m ですので、ミラーを 2.89mrad の傾きで入れた場合の高さの差は 80.3mm となります。0.1mrad の精度でミラーの傾きを調整するには、2つの X 線の高さの差を 3mm 程度の精度で調整すればよいことになります。

さらに正確に調整するためには、ミラーの傾きを 0.1mrad 程度ずつ変え、各エネルギーでのビーム強度を実際に測定し、ミラーでの反射率が落ちる X 線のエネルギーを実際に測定する必要があります。

### 4.3 分解能の調整

XAFSの実験では分光されたX線のエネルギー分解能が小さいことが必要です。分光器に入射するX線の上下幅をスリットで変えることにより、エネルギー分解能の調整が可能です。分光器上流の上下スリットを大きく開けると、X線の強度は大きくなりますが、分光結晶に入射するX線の入射角の差が大きくなるため、分光器から反射されるX線のエネルギーの幅が広がり、エネルギー分解能が悪化します。この調整は分光器下流のスリットを使っても可能です。このスリットの上下方向の幅を変えることにより、実際のXAFSデータ（ここでは銅のK吸収端のXAFS）がどのように変わるかを図8に示します。スリットの幅を狭くしていくとエネルギー分解能が上がり、データの凹凸がとがってくるのがわかります。一般的なXAFS実験ではスリット幅0.8mmの時程度のエネルギー分解能が必要で、このようなデータを見ながら上下スリットの幅を決めます。また、スリット幅0.8mmでのX線の強度を1とした時のビーム強度Iを、図8中に記入しました。図8より、スリット幅を狭くするほどエネルギー分解能は上がるが、X線の強度は小さくなるのがわかります。

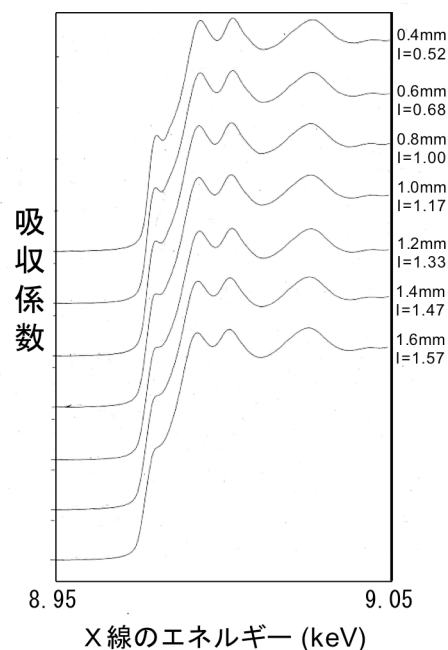


図8 分光器下流上下スリットの幅による、エネルギー分解能と強度の変化

## 5 まとめ

X線のビームラインの調整では、実験の種類により求められるX線の性質が異なるため、実験の種類が変わるごとにそれにあった方法で調整を行っています。また、調整時にはどの程度の精度でそれぞれのビームラインコンポーネントの調整を行う必要があるかも考慮しなければなりません。今回の発表では調整の概要を報告しましたが、さらに詳しいマニュアル作りを進めており、光学系の調整を専門としない職員でもBL-9Cと同様な光学系のビームライン調整ができるようにしたいと考えています。

## 参考文献

シンクロトロン放射 日本物理学会編

放射光ビームライン光学技術入門 日本放射光学会

[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/](http://henke.lbl.gov/optical_constants/)

Masaharu NOMURA and Atsushi KOYAMA, "Design and performance of new XAFS beamline at Photon Factory; BL-12C", KEK Report 95-15

小山篤、渡邊一樹、“高エネ研・放射光研究施設 BL 8 の建設”、平成20年度 京都大学総合技術研究会報告集第I分冊、平成21年3月、P168 - P5169