

X線光学素子用ダイヤモンド 結晶の現状と展望

玉作 賢治 理研播磨

ERLサイエンスワークショップ @KEK 7/10/2009

X線ビームラインでのダイヤモンド利用@SPring-8

XBPM(ビーム位置モニタ) : CVD

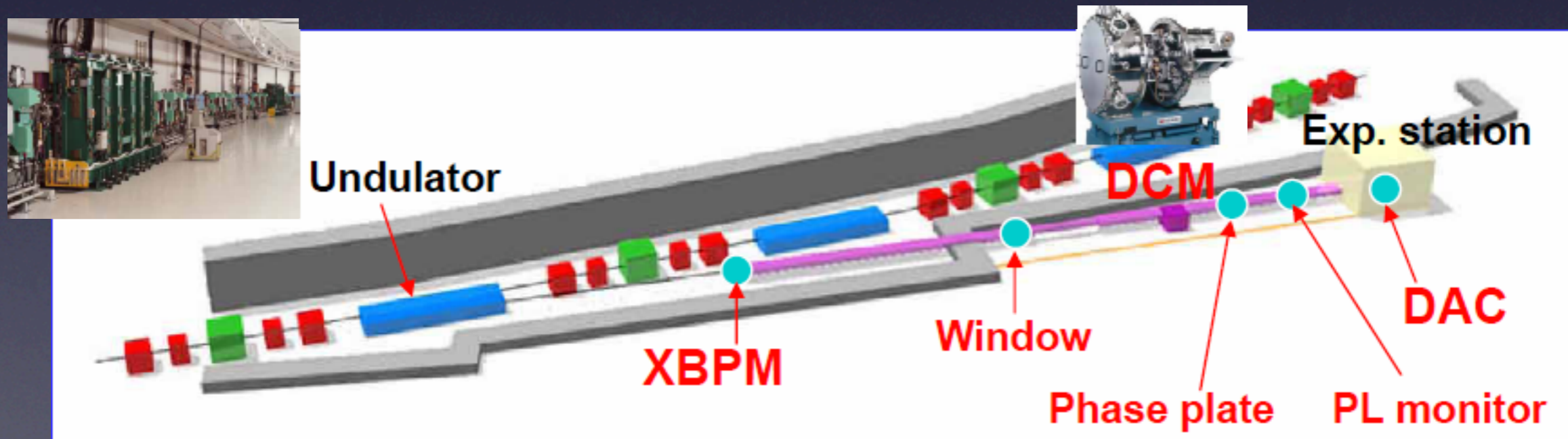
窓材(R&D) : CVD

分光結晶 : **HPHT type IIa**

移相子 : HPHT type IIa

ビームモニター(R&D) : CVD

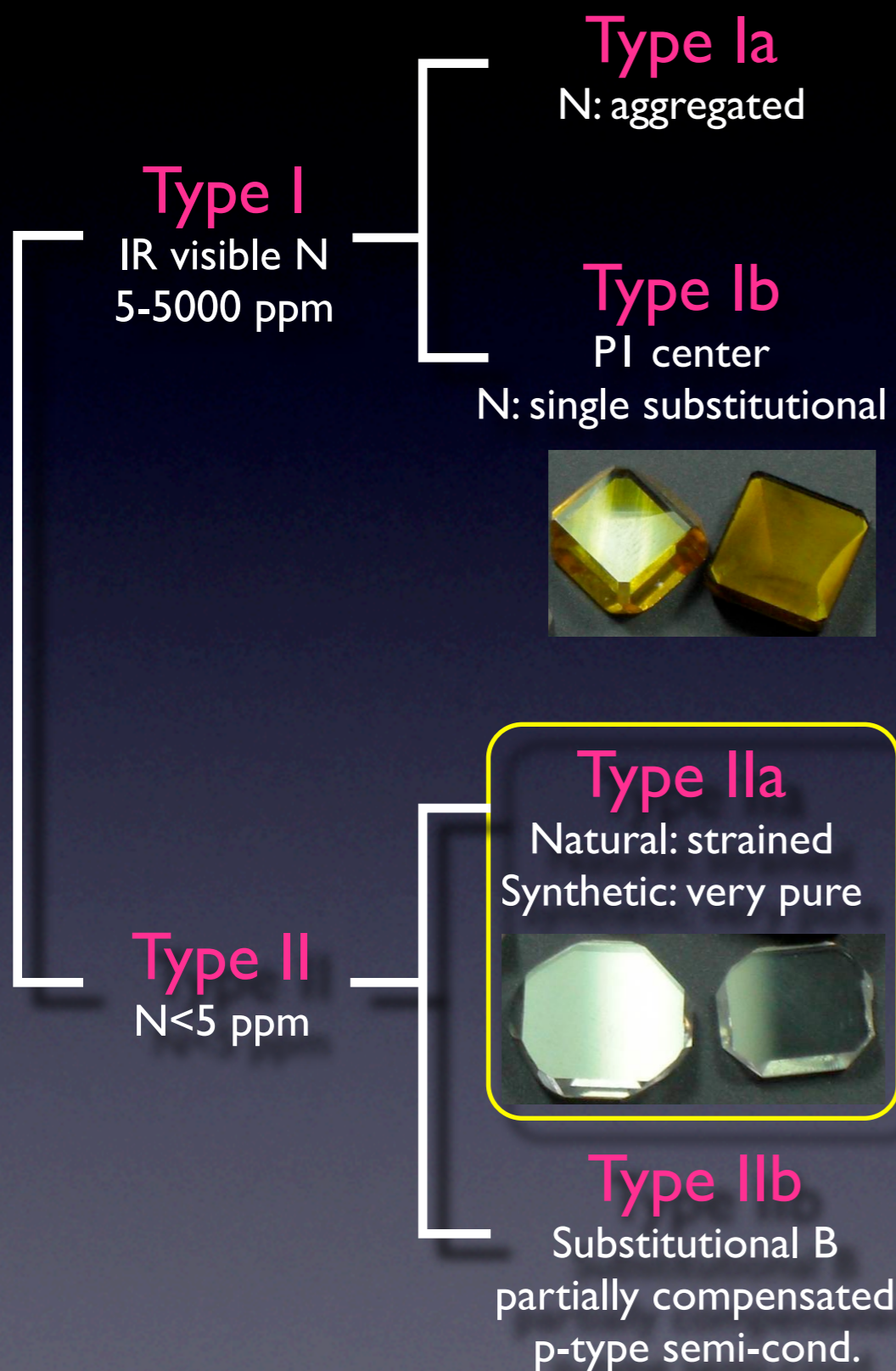
高圧アンビルセル : HPHT type IIa



Courtesy of S. Goto (JASRI)

Diamond for x-ray optical elements

高熱負荷分光結晶として



	Diamond	Silicon
Atomic number Z	6	14
Debye Temp. (K)	1860	532
Absorption coef. @ 8 keV (cm ⁻¹)	14	143
Thermal conductivity @ 297 K (W/cmK)	Type I: 5-18 Type IIa: 20-25 Iso-pure: 35	1.5
Thermal conductivity @ 80 K (W/cmK)	Ia: 20-40 IIa: 150 Iso-pure: 2000	Nat.: 15 Iso-pure 20
Thermal expansion coef. @ 297 K (10 ⁻⁶ /K)	1	2.4
Figure of merit @ 297 K	36-180	0.44

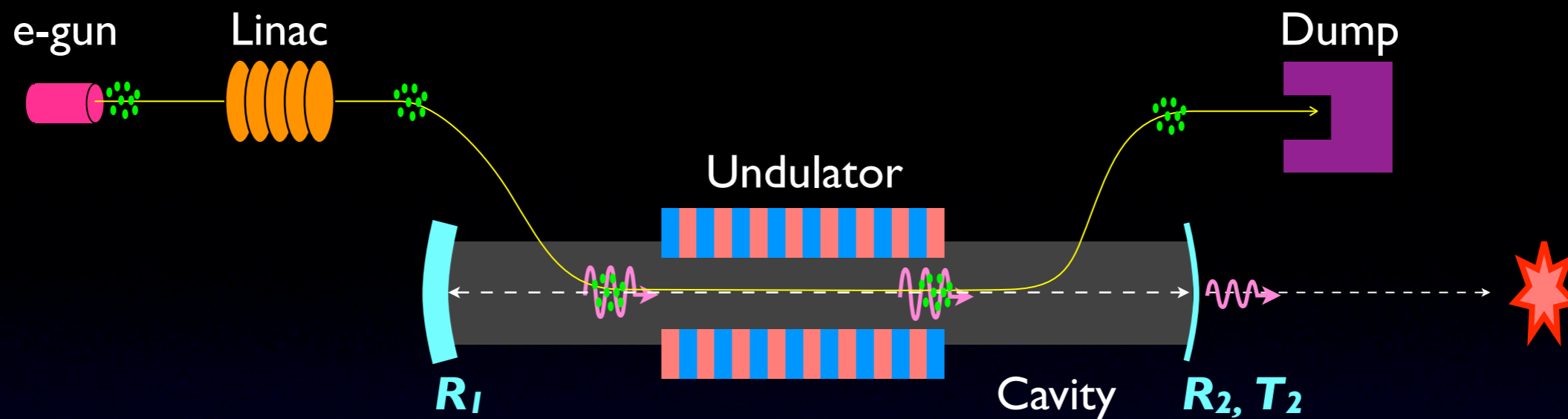
HPHT合成 : High Pressure (~5.5 GPa)
High Temperature (1350 °C)

内容

- 1. XFELオシレータの共振器ミラー**
2. 非線形結晶としてのダイヤモンド
3. ダイヤモンドの結晶評価
4. 表面処理の問題
5. コヒーレントビームでの問題点

XFEL Oscillator

K. J. Kim et al., PRL100, 244802 (2008).



お供え

- Ultra-low emittance @ multi-GeV
- Low-loss x-ray cavity



御利益

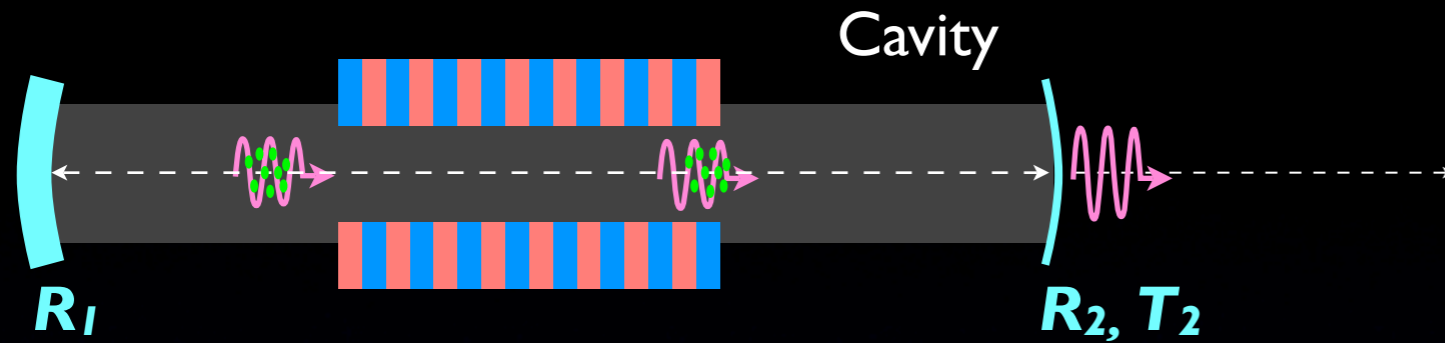
- ★ Fully coherent x-rays
- ★ 10^9 photons/pulse
- ★ 1 MHz
- ★ $\Delta E \sim \text{meV}$
- ★ $\Delta t \sim \text{ps}$

単位バンド幅当たりの
ピーク輝度はXFELと同等

平均輝度はXFELより数桁上

Low-loss x-ray cavity

K. J. Kim et al., PRL 100, 244802 (2008).



鏡：X線領域ではBragg角90°の背面反射を用いる。

増幅されるための条件：

$$(1+G)R_1R_2 > 1$$



$$G = 0.1 \sim 0.2$$

$$R_1R_2 > 0.9$$

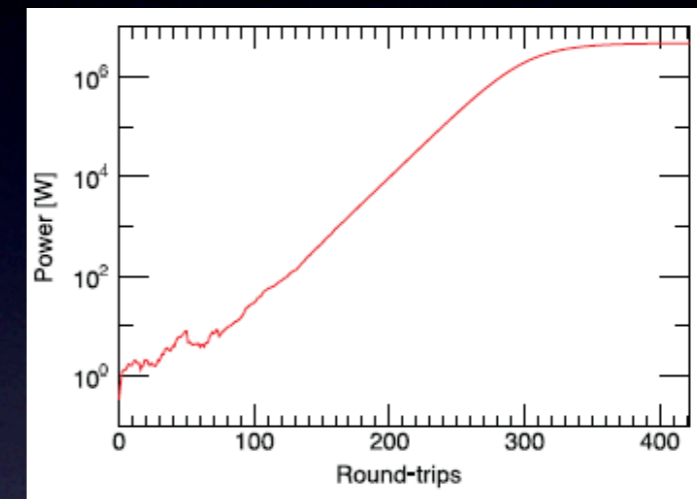
極めて高い反射率が必要

共振器からの取り出し：

$$T_2 \sim 0.05$$

薄い結晶が必要

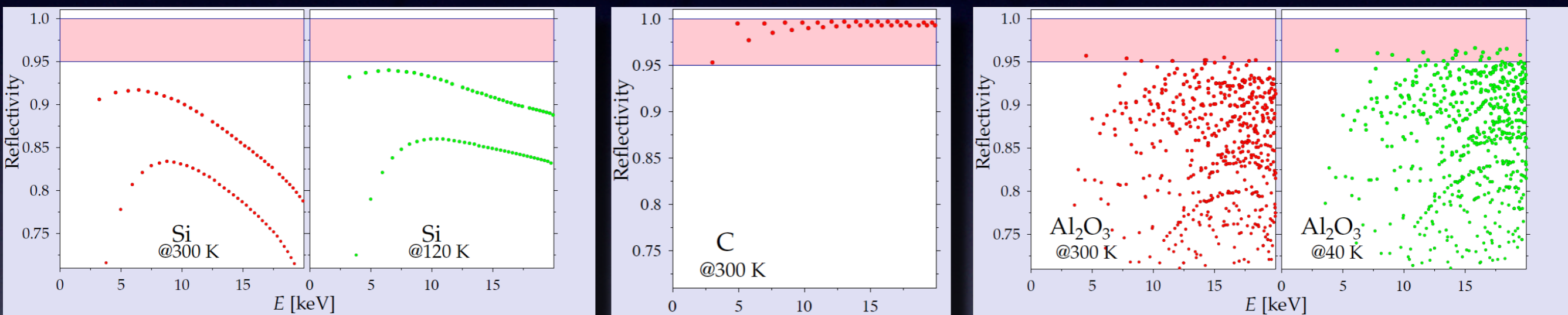
X線は完全にコヒーレント：完全結晶が必要



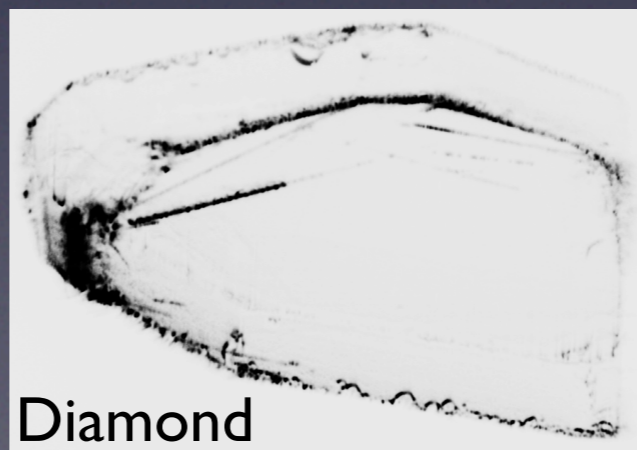
Bragg reflecting mirror

	Reflectivity (>0.95)	Crystal perfection
Si	✗	● ● ●
Diamond	● ● ●	● ●
Sapphire (Al_2O_3)	● ●	●

Reflectivity - courtesy of Yuri Shvyd'ko (APS)

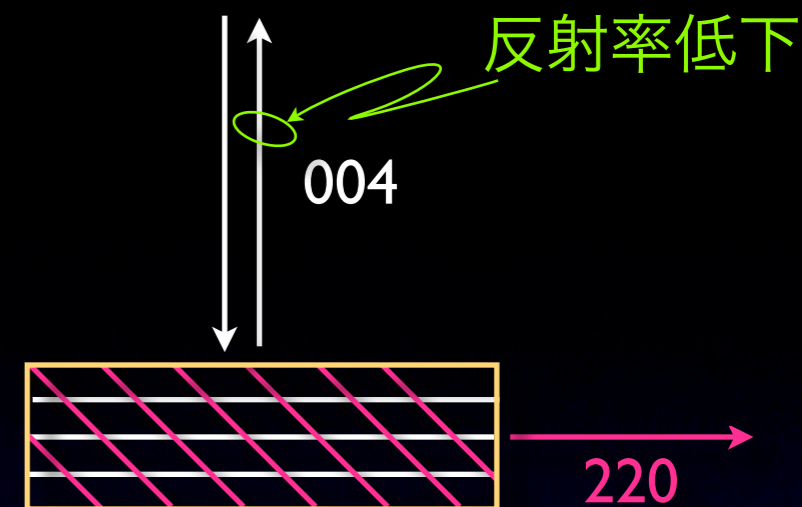


X-ray topography



同時反射の問題

対称性の高いダイヤモンドでは、
背面反射に同時反射が付随する。



hkl	同時反射の数	E (keV)
1 1 1	0	3.01
0 2 2	0	4.92
2 2 4	2	8.51
0 2 6	2	10.99
4 6 6	2	16.30
0 6 14	2	26.47
1 1 3	4	5.76
0 0 4	4	6.95
1 3 3	4	7.58
2 2 4	4	8.51



2枚の背面反射で
共振器を組めるのは
111と022の2つだけ。



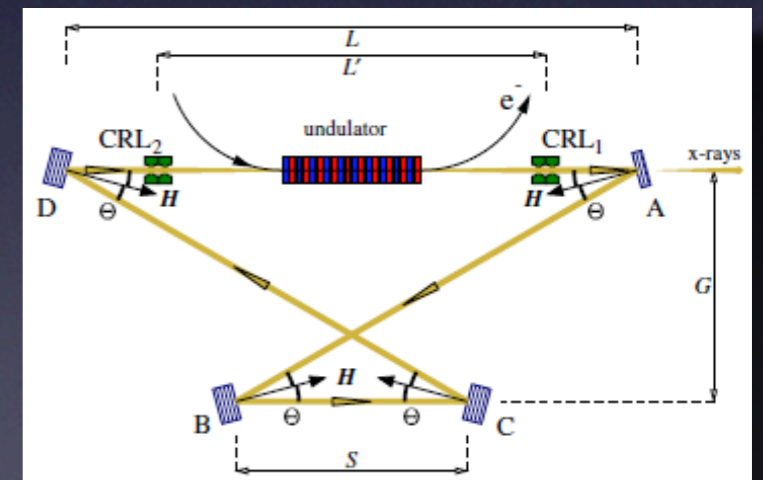
エネルギーが固定され
分光学に使えない。

ダイヤモンド結晶としてやること

- 📌 4 mm²程度の領域で完全な結晶
- 📌 無歪みの表面研磨
- 📌 10-50 μmの薄片化（無歪み）

メカとしてやること

- 📌 結晶冷却
- 📌 角度の安定化（nrad以下）



内容

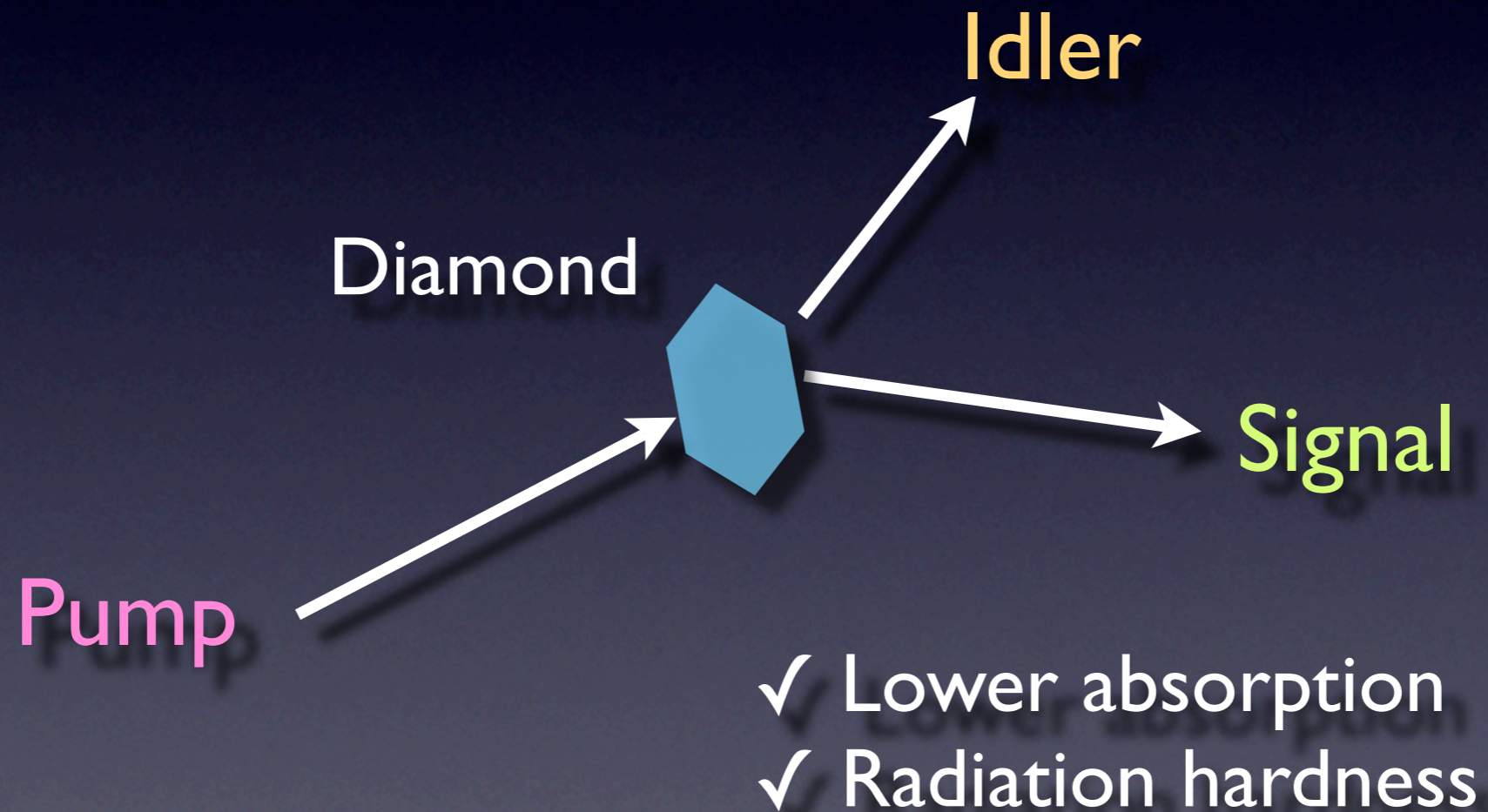
1. XFELオシレータの共振器ミラー
- 2. 非線形結晶としてのダイヤモンド**
3. ダイヤモンドの結晶評価
4. 表面処理の問題
5. コヒーレントビームでの問題点

Diamonds as an x-ray nonlinear crystal

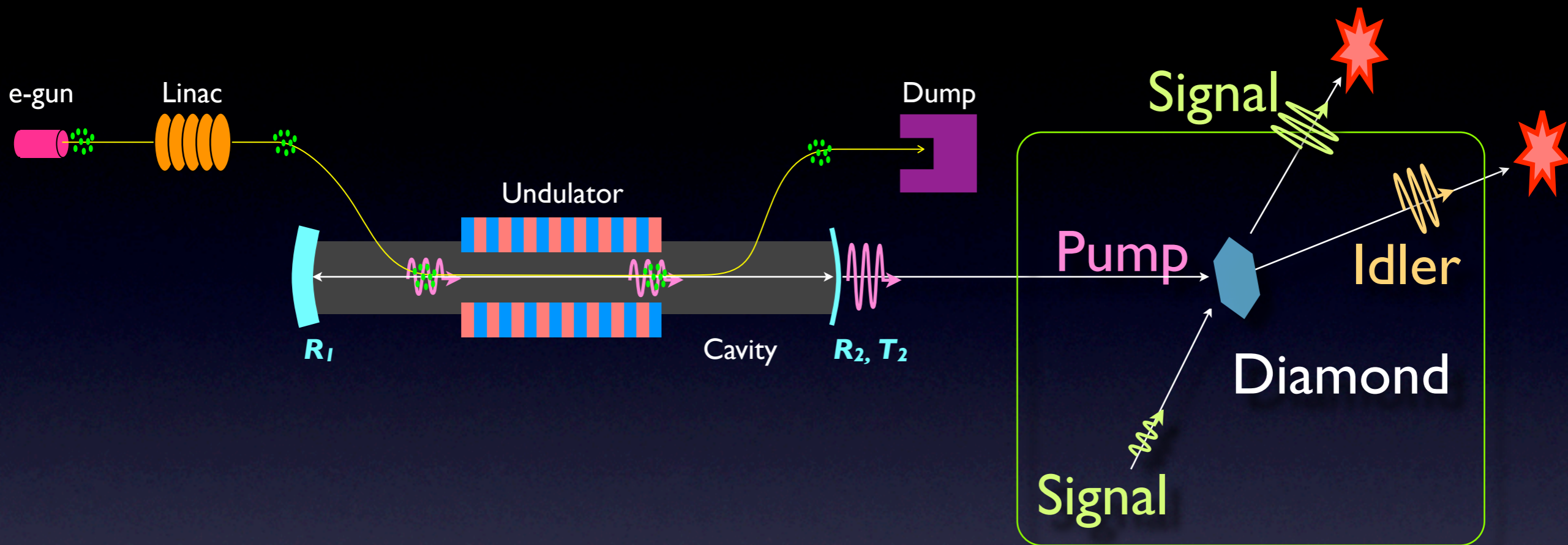
X-ray parametric down-conversion (PDC)

- 2nd order nonlinear process

K. Tamasaku & T. Ishikawa, PRL98, 244801 (2007).

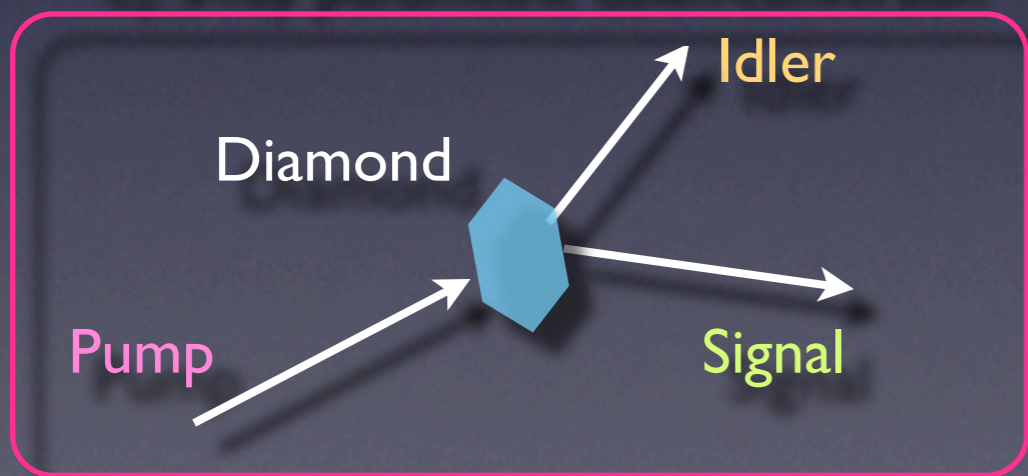


XFELO+OPA



Optical Parametric Amplifier

Cf. x-ray parametric down-conversion



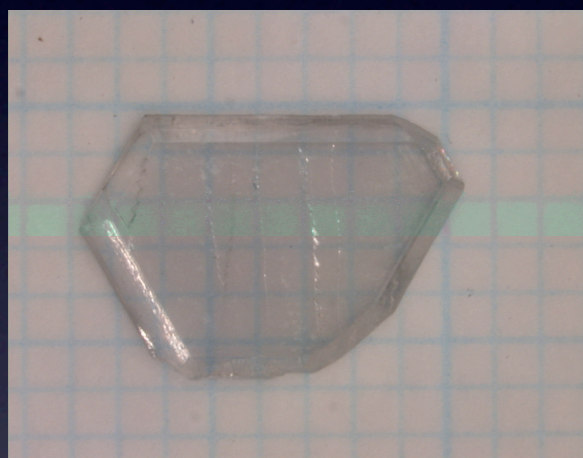
固定波長から任意の
波長に変換可能

内容

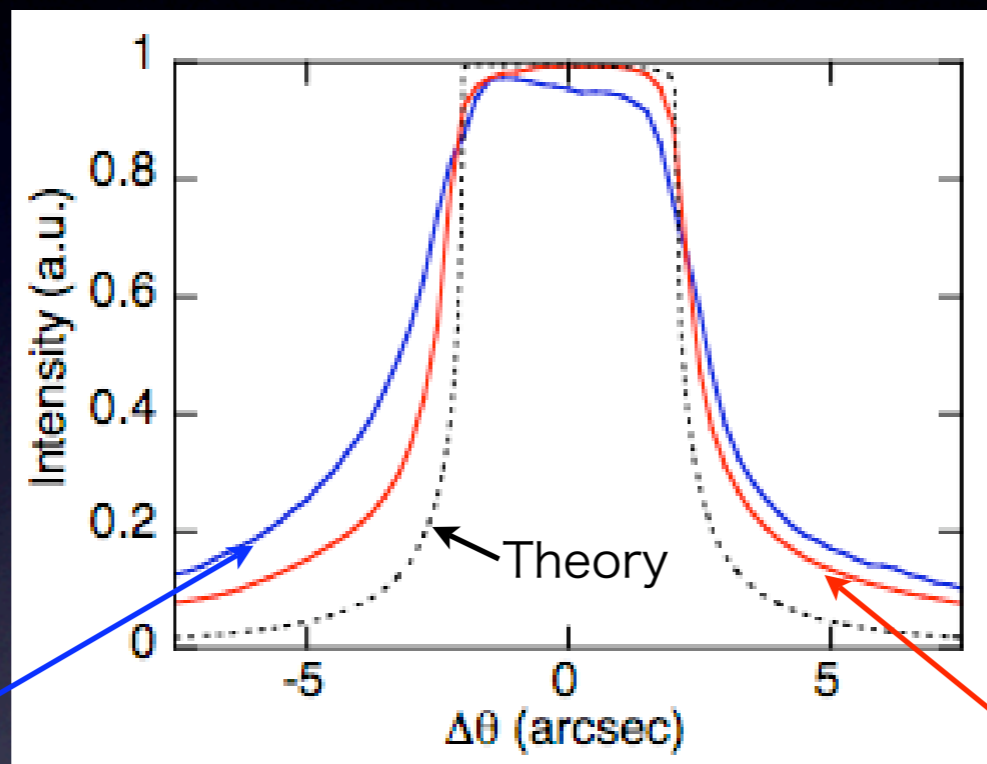
1. XFELオシレータの共振器ミラー
2. 非線形結晶としてのダイヤモンド
- 3. ダイヤモンドの結晶評価**
4. 表面処理の問題
5. コヒーレントビームでの問題点

(111) as-cleaved - Crystal selection

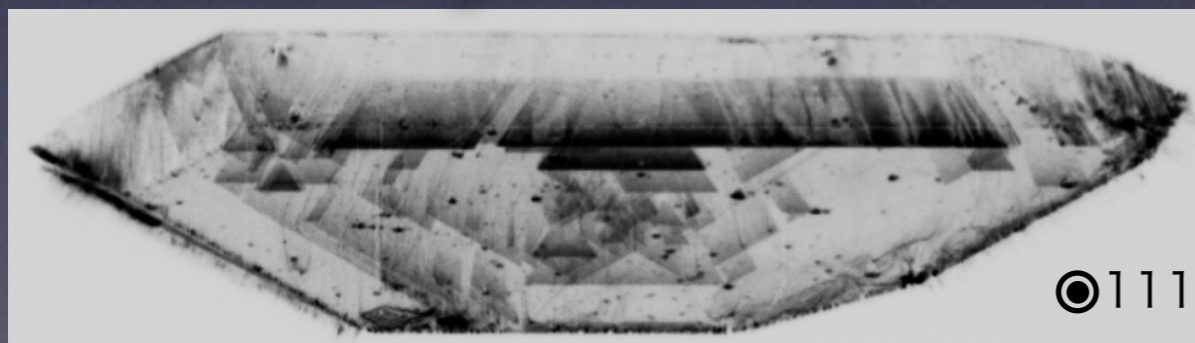
Si220(b=20.9) - C111 @9.44 keV



“bad crystal”



“good crystal”



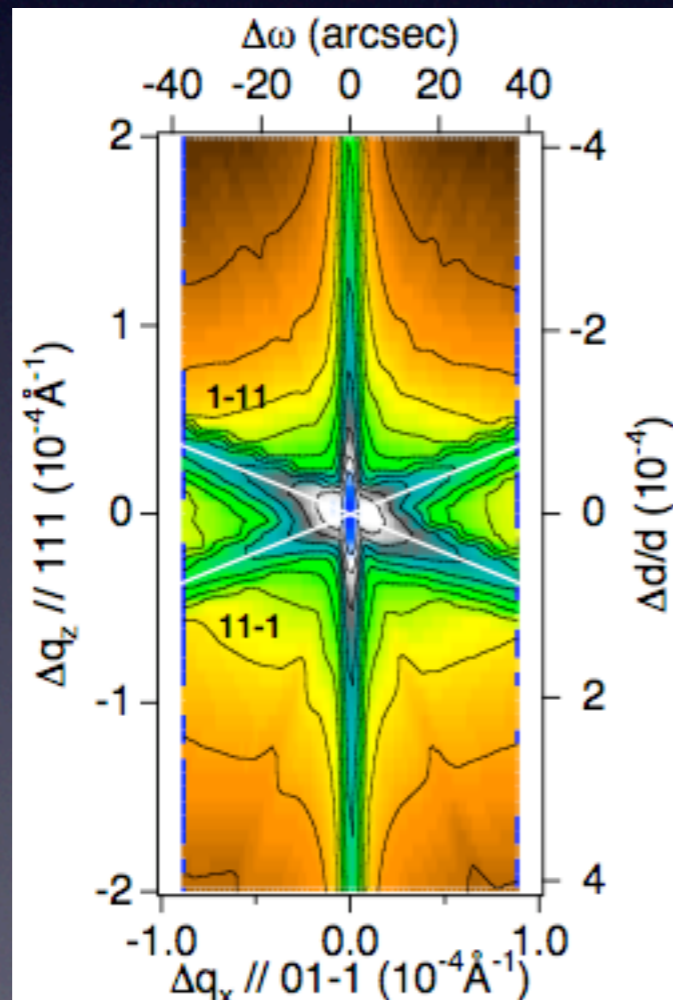
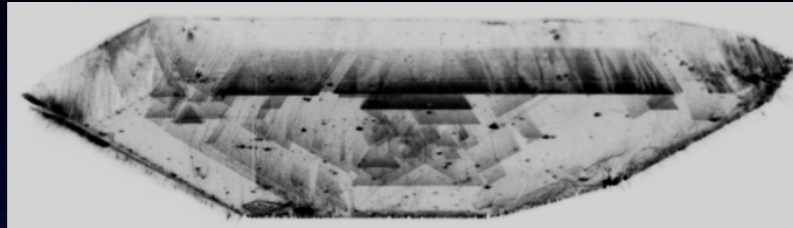
Topography on the tail of RC

積層欠陥の密度

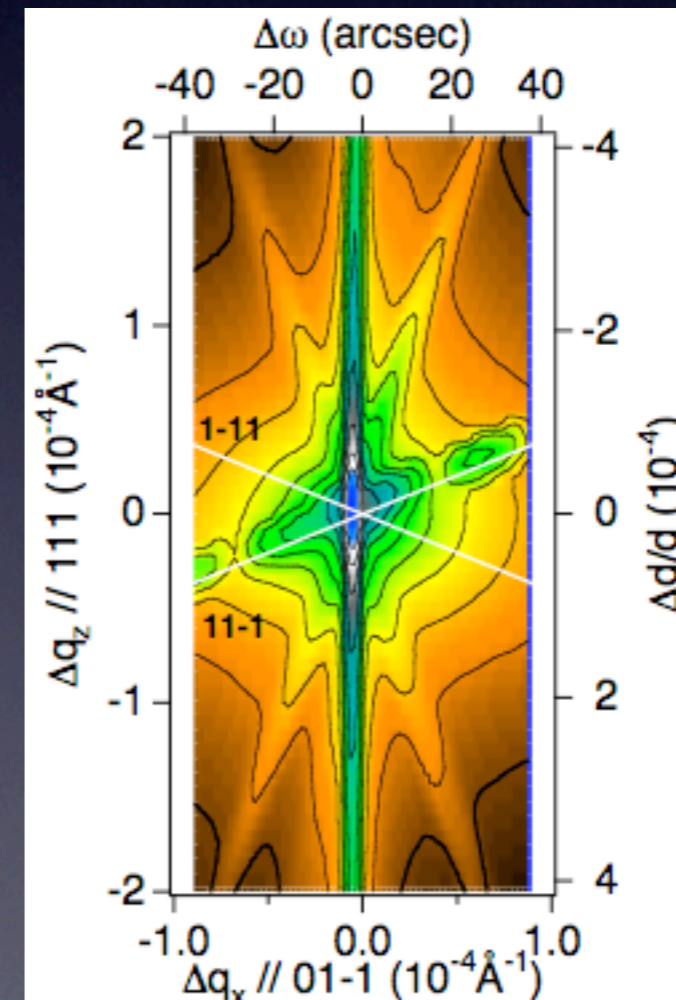
K. Tamasaku et al., J. Phys:D38,A61 (2005).

(111) as-cleaved - Reciprocal space mapping

“bad crystal”



“good crystal”



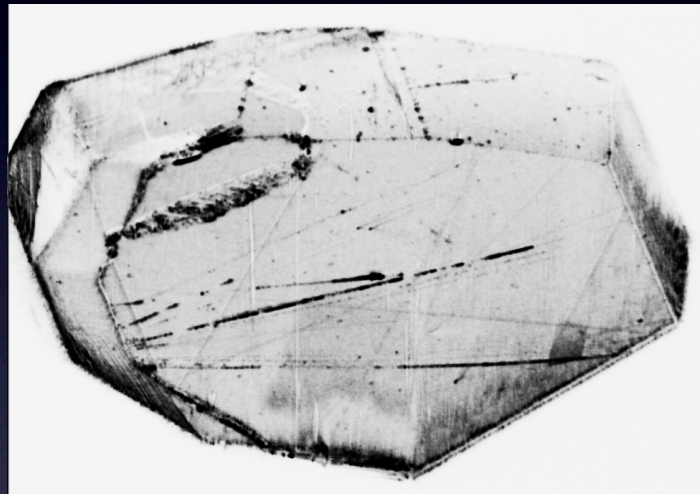
表面の影響-(111)結晶

Si220(b=20.9) - C111 @9.44 keV

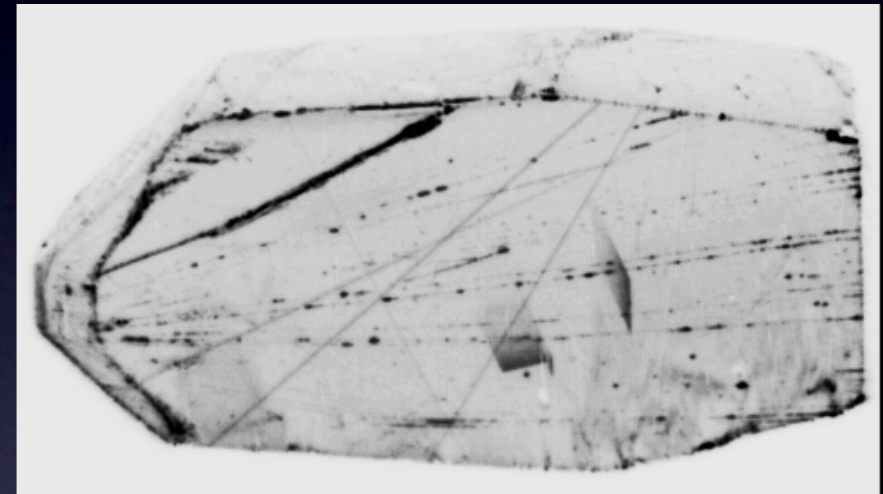
結晶性が良くても表面にダメージがあるとダメ

- 111 reflection topography on the tail of RC

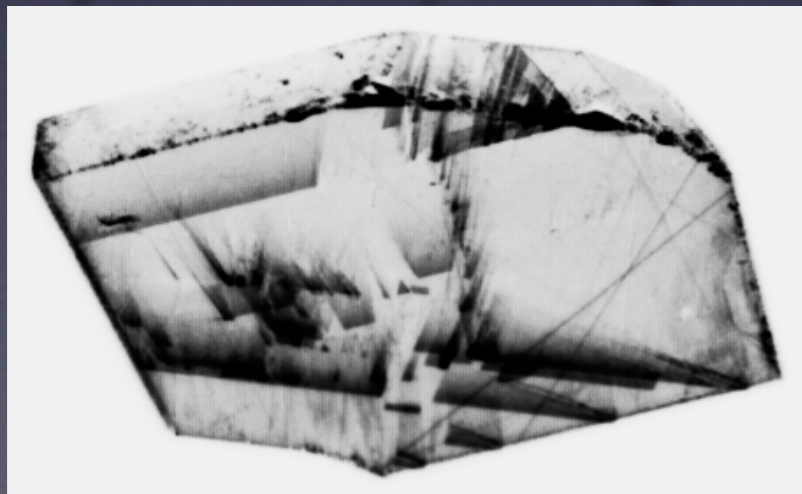
as-cleaved: highest-quality



as-cleaved: highest-quality



polished: many stacking faults



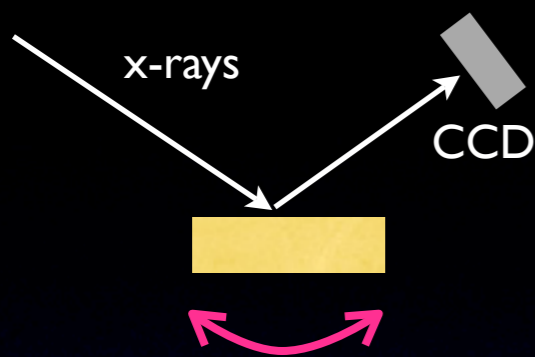
polished: highest-quality, damaged surface



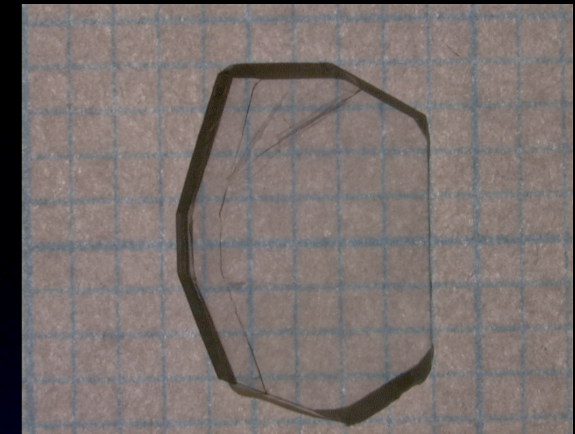
内容

1. XFELオシレータの共振器ミラー
2. 非線形結晶としてのダイヤモンド
3. ダイヤモンドの結晶評価
- 4. 表面処理の問題**
5. コヒーレントビームでの問題点

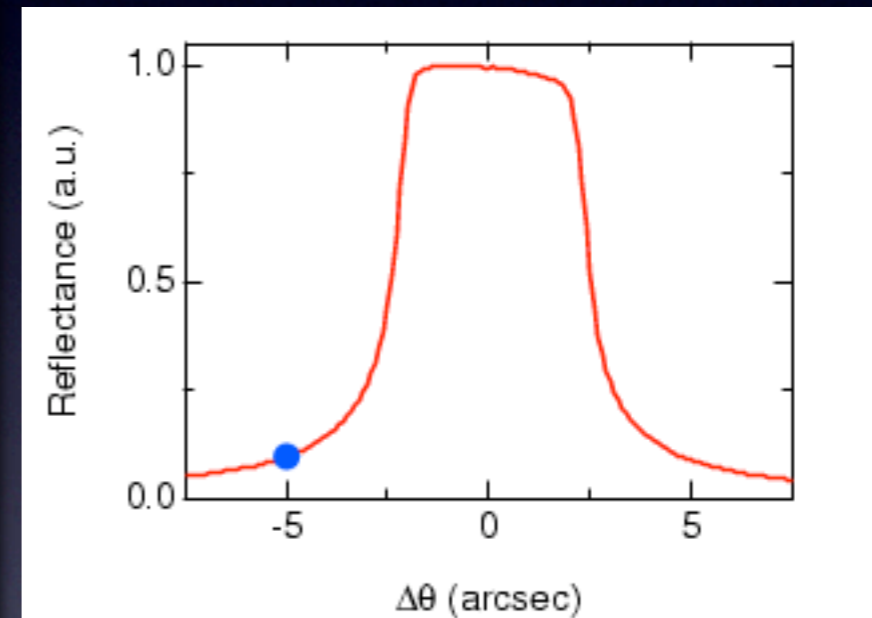
局所的なロッキングカーブ



(111) as-cleaved



平面波トポグラフ



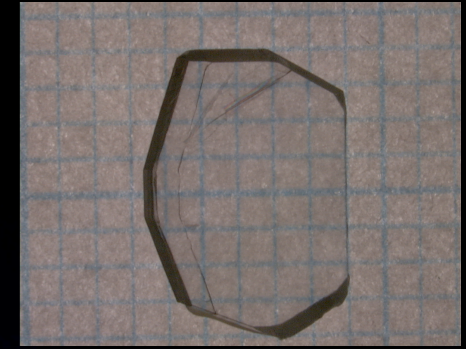
ロッキングカーブ

Si220(b=20.9) - C111 @9.44 keV

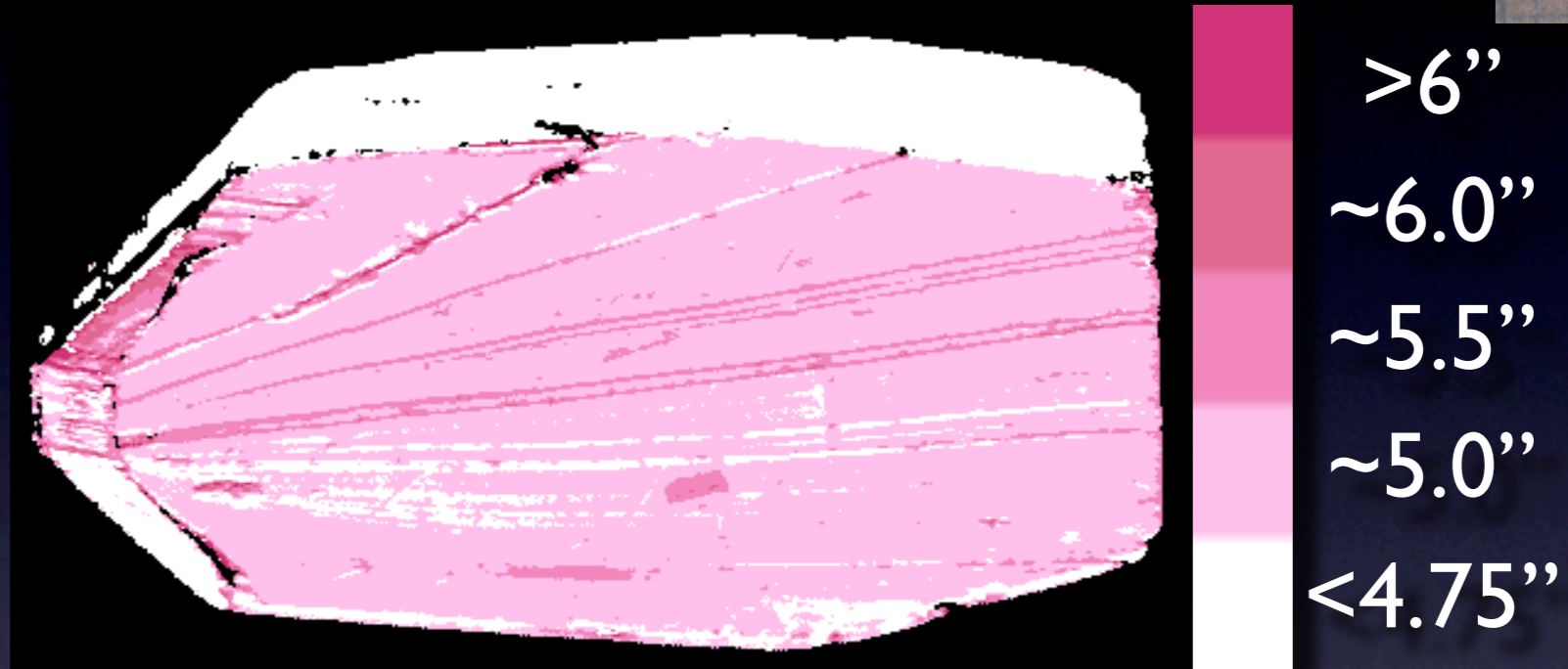
ロックングカーブ (RC) 幅・中心の場所依存性

(111) as-cleaved

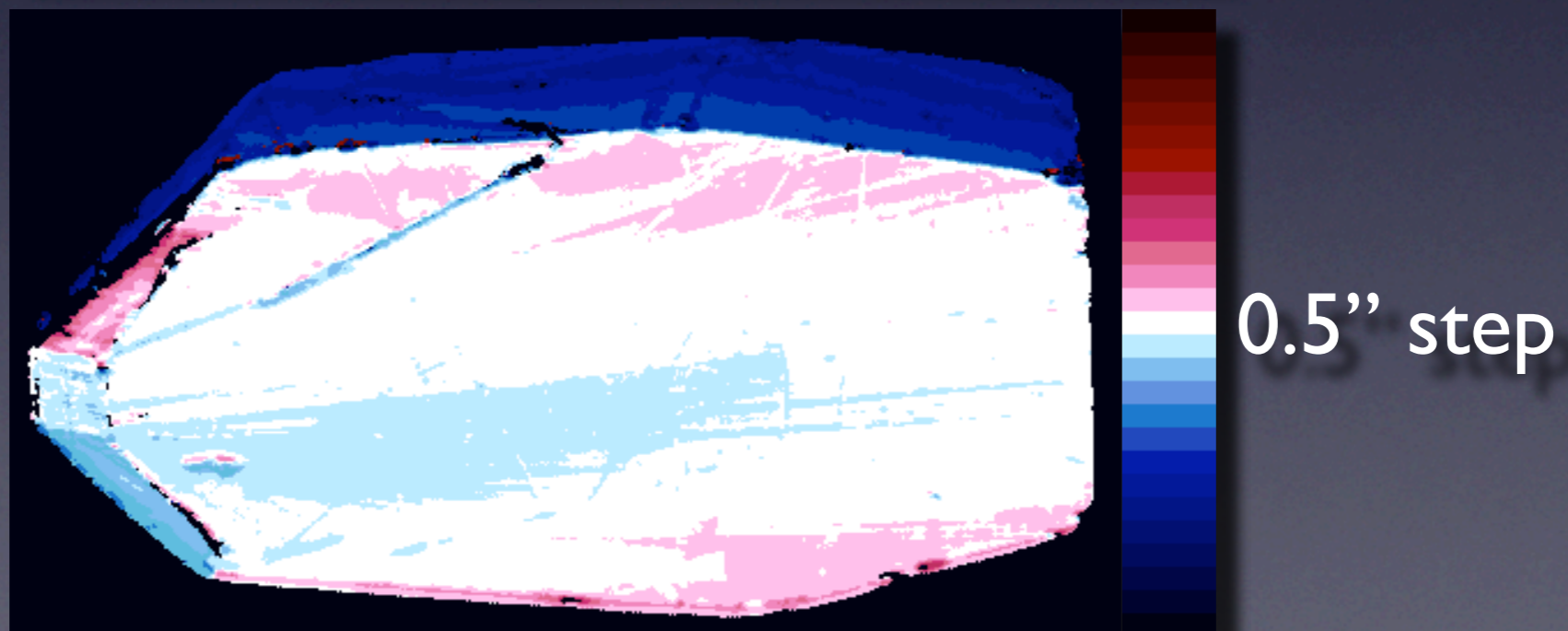
Si220(b=20.9) - CIII @9.44 keV



R.C. Width
map
(Theory 4.4")



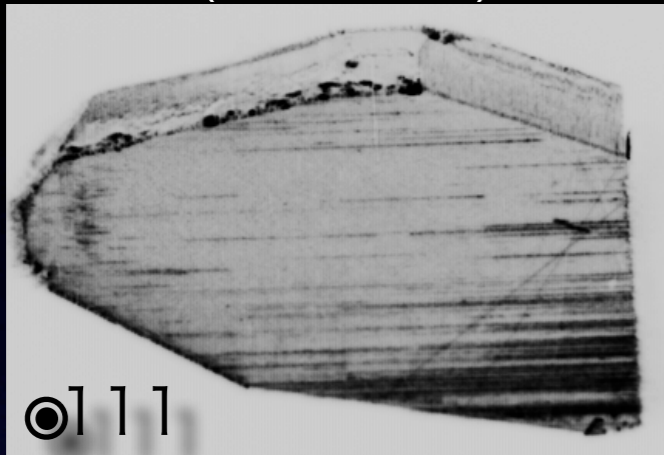
R.C. Center
map



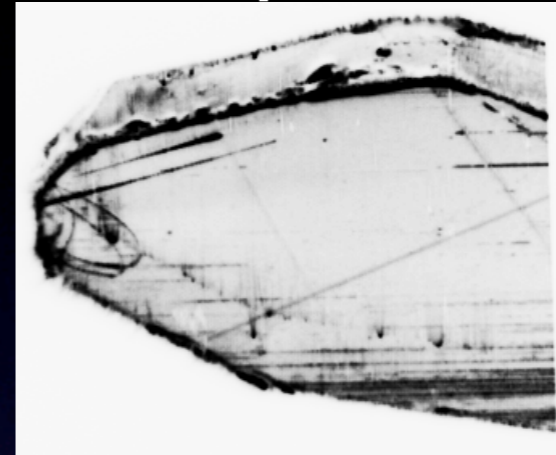
表面研磨

Topography
on the tail of RC

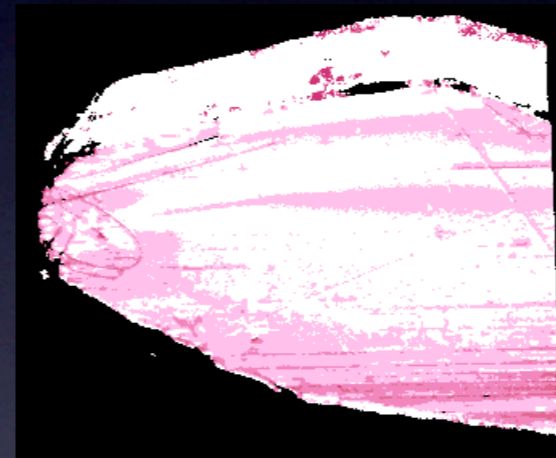
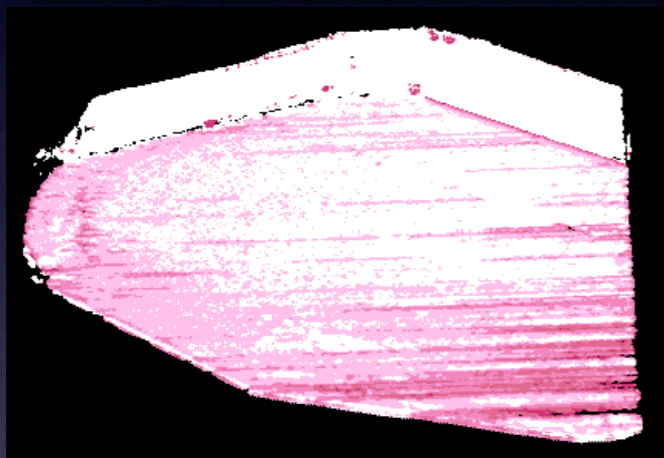
Polished
(offset 1.5°)



Re-re-polished



FWHM of RC



>6''
~6.0''
~5.5''
~5.0''
<4.75''

機械研磨：成功率が低い上に、ダメージが残り完璧な方法とは言えない。

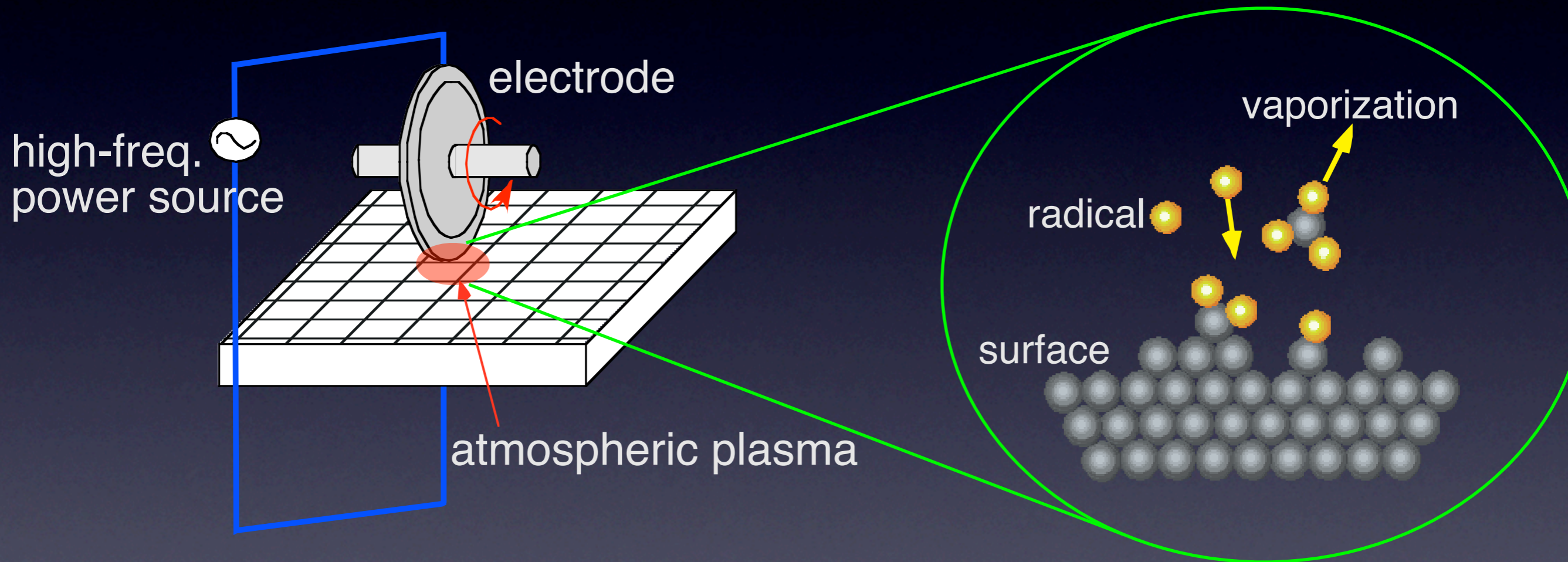
エッチング：KOH+Na₂O₂ @ 700°C

PCVM：新手法

化学的な方法によるダメージ層の除去

PCVM (Plasma Chemical Vaporization Machining)

大阪大学、山内研究室



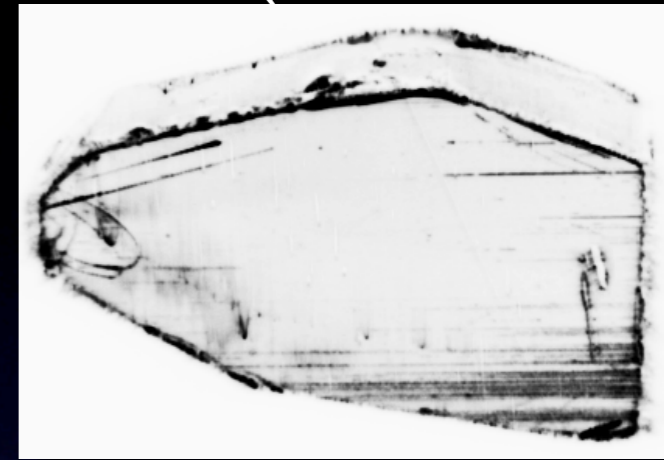
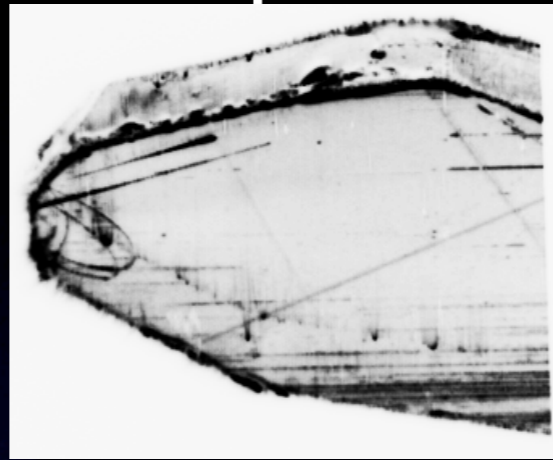
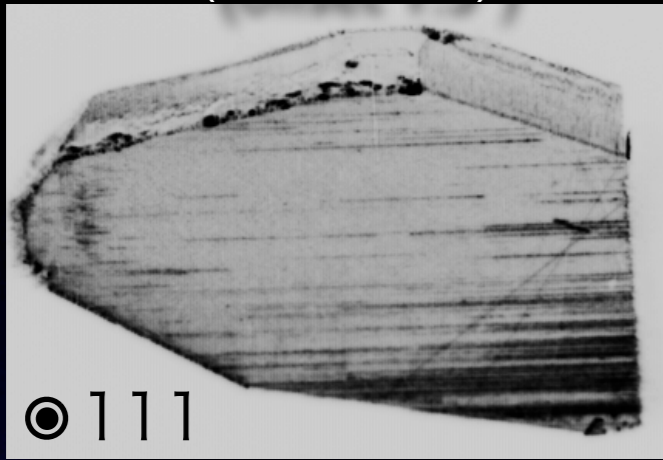
PCVMによる表面処理

Polished
(offset 1.5°)

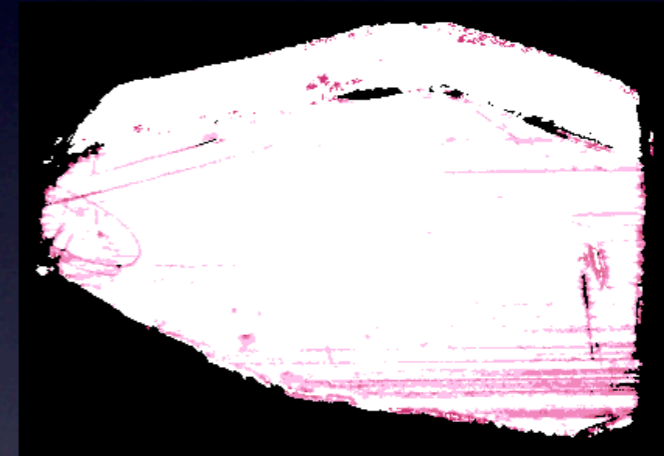
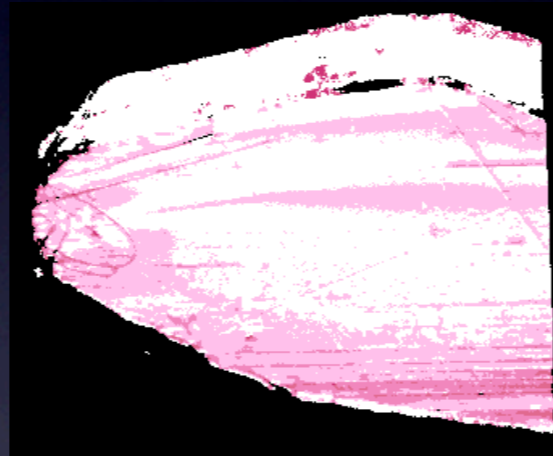
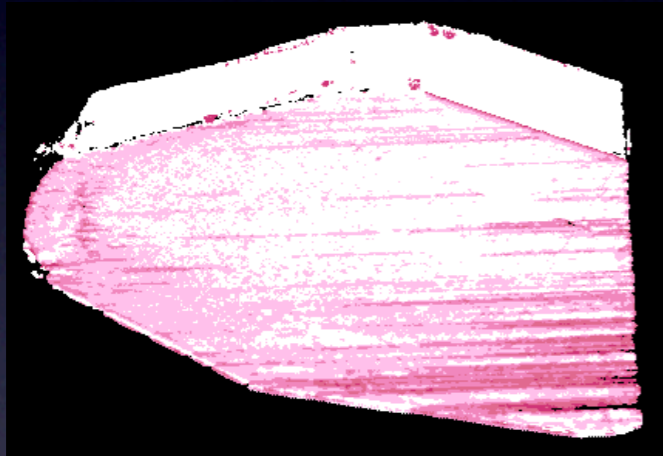
Re-re-polished

PCVM(100 nm/3 min)

Topograph

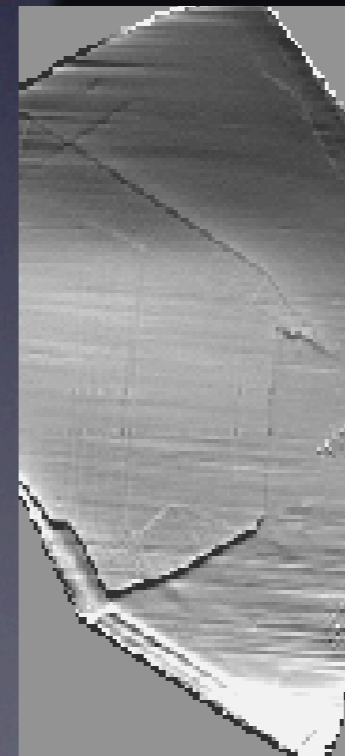


FWHM of RC



>6''
~6.0''
~5.5''
~5.0''
<math><4.75''</math>

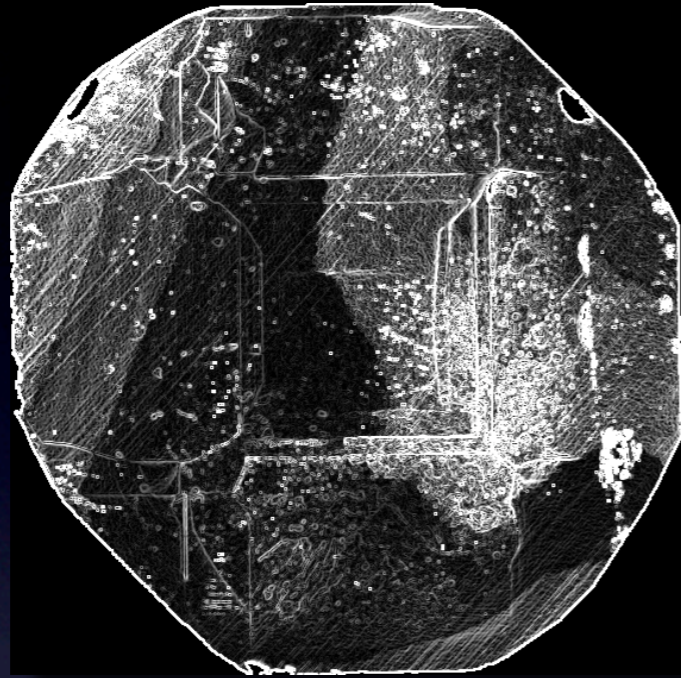
Surface profile



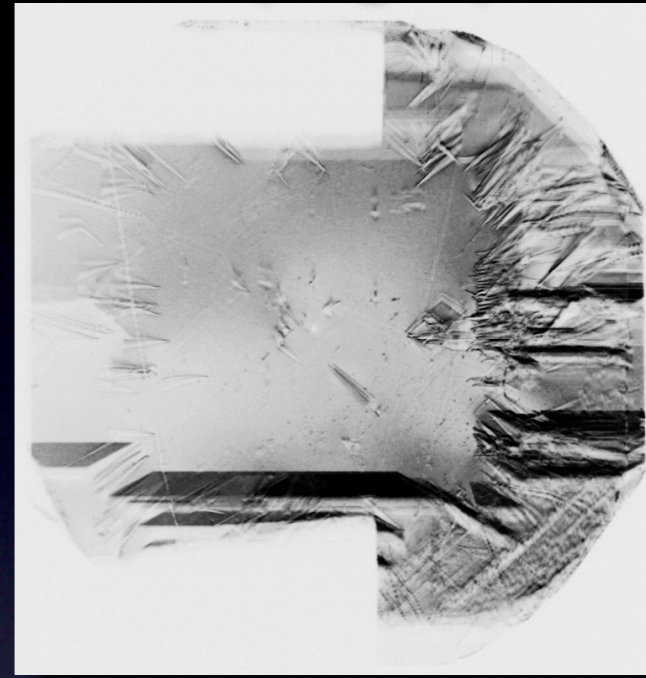
かなり改善するが、
模様が浮き出る!!

PCVMの問題-(100)面

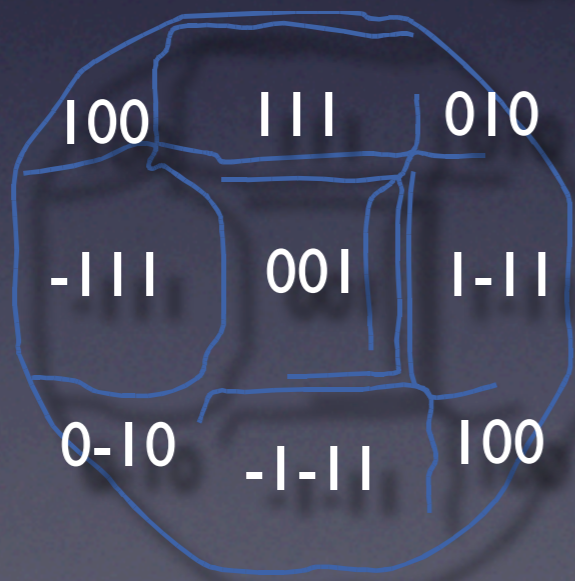
Surface profile



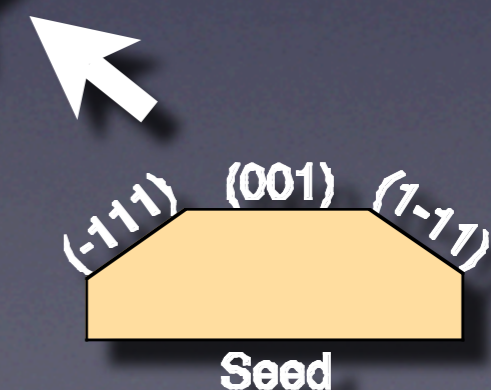
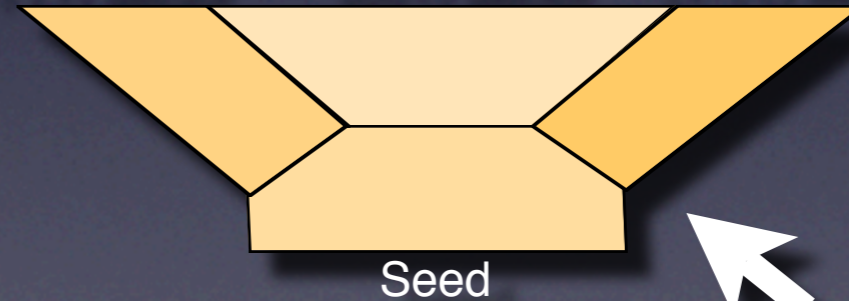
Topograph



Growth sector

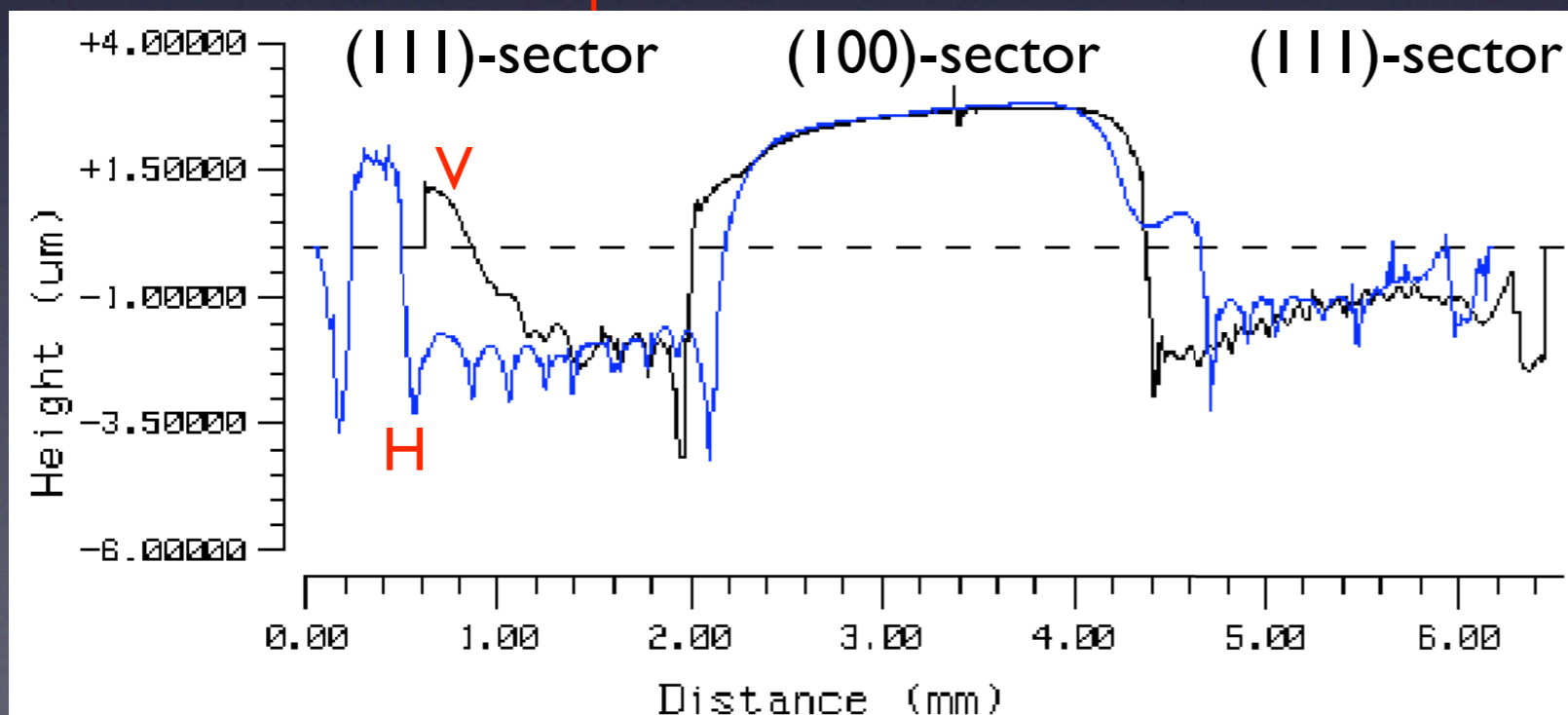
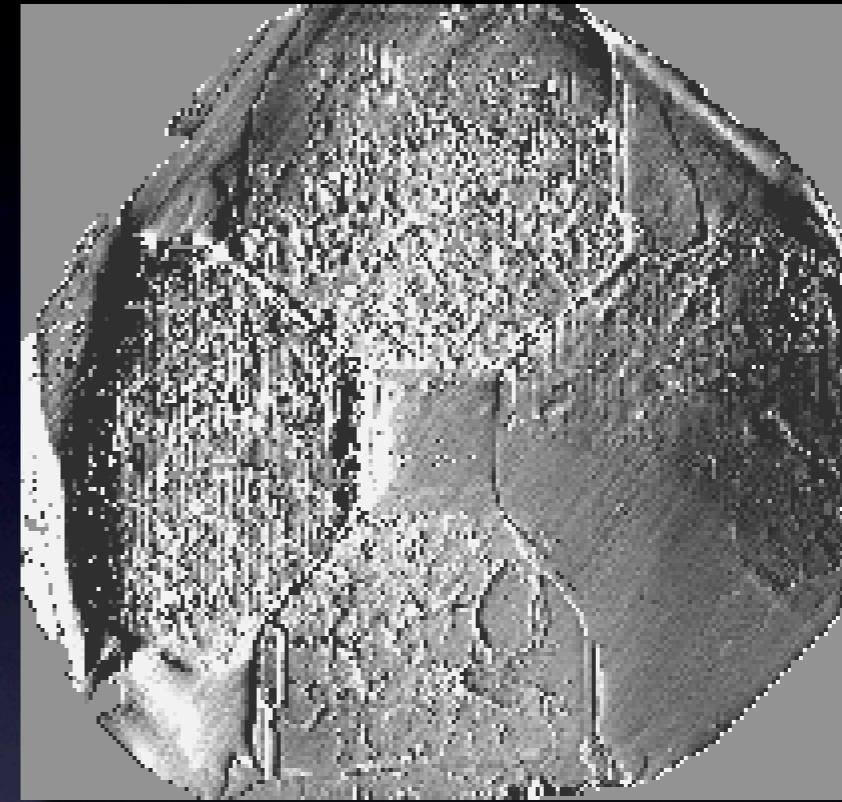
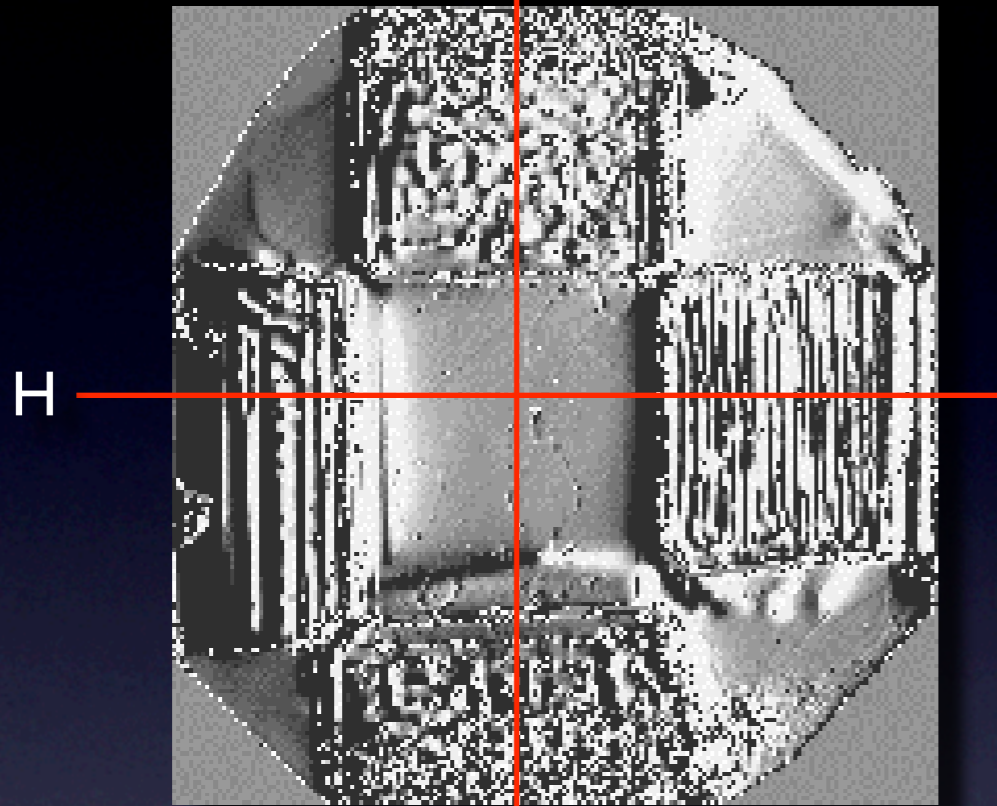


(-111) sector (001) sector (1-11) sector



成長分域によるエッチングスピードの違い

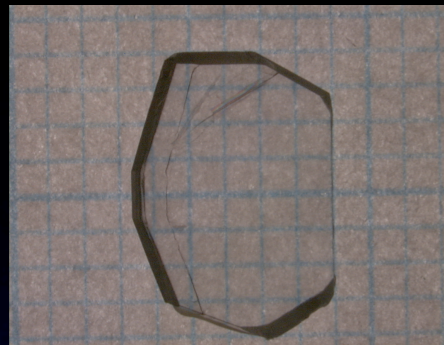
▽ PCVM 5 min - (100)



Nitrogen impurity
(100)-sector < (111)-sector
< 0.1 ppm

劈開面と研磨面の比較

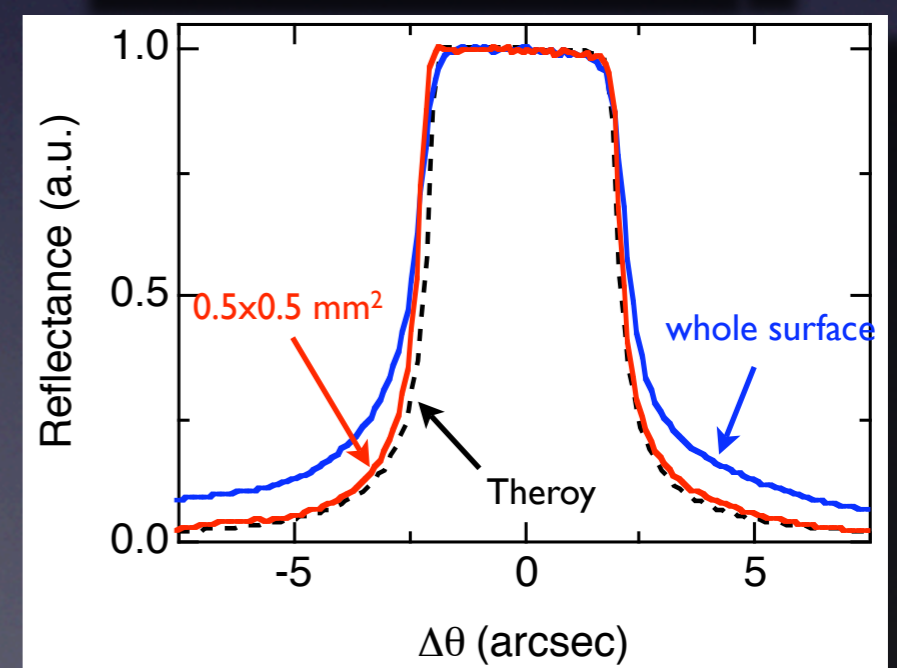
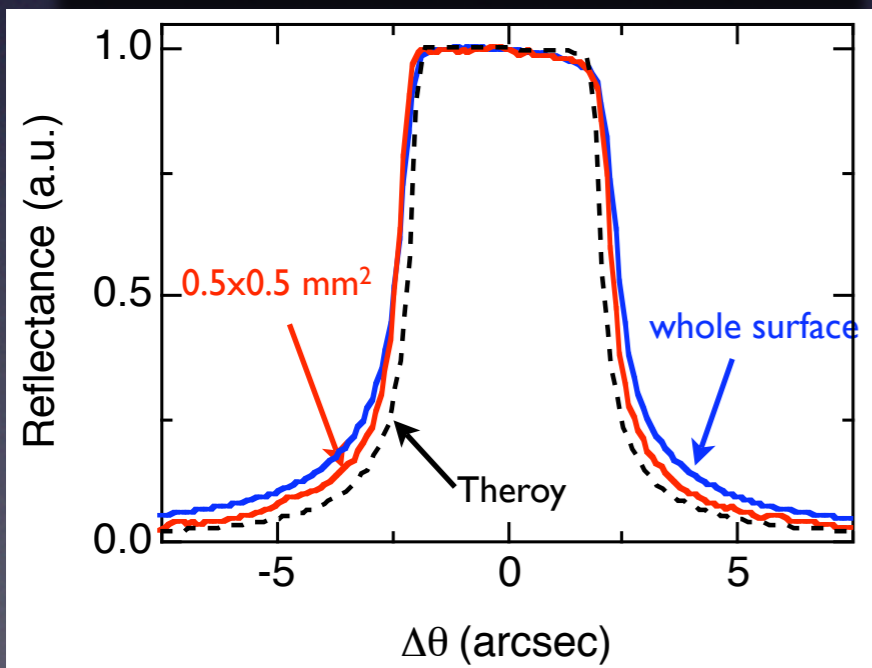
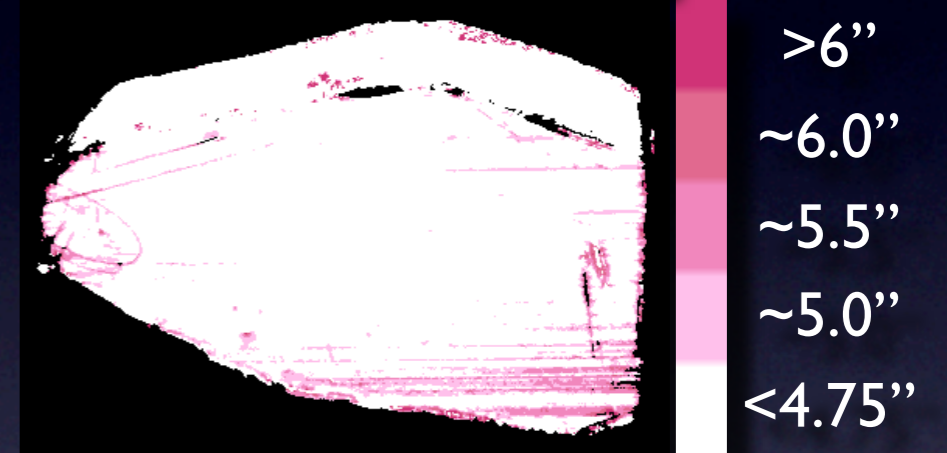
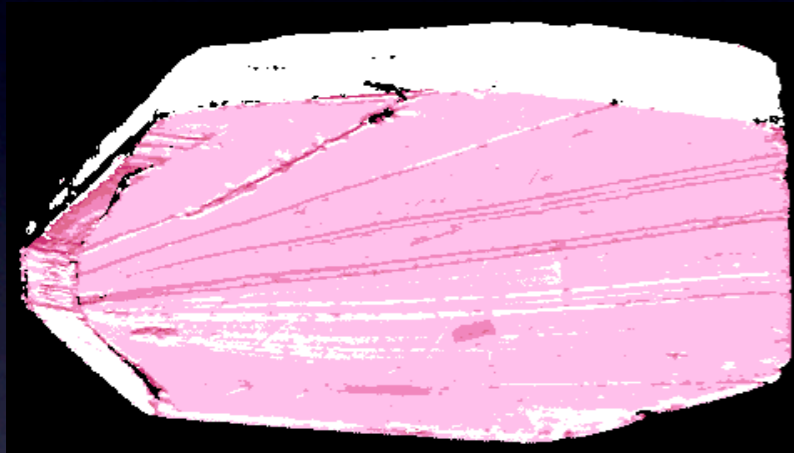
As-cleaved



Mechanical polishing+PCVM



成長分域の問題はあるが
研磨+PCVMによって
表面状態は改善する。



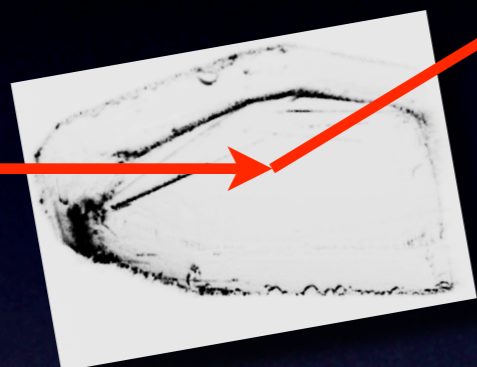
内容

1. XFELオシレータの共振器ミラー
2. 非線形結晶としてのダイヤモンド
3. ダイヤモンドの結晶評価
4. 表面処理の問題
- 5. コヒーレントビームでの問題点**

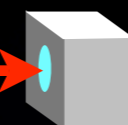
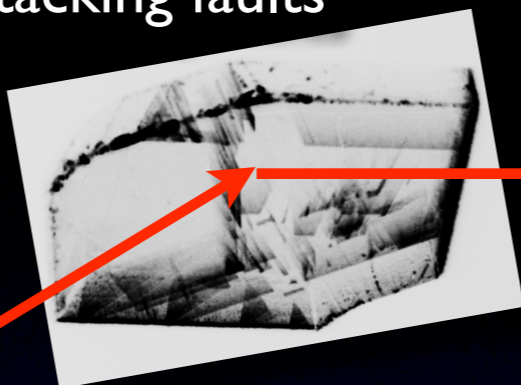
What happens under coherent illumination?

@ 1-km beamline

9.44 keV

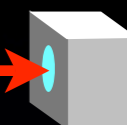


with stacking faults



Near field

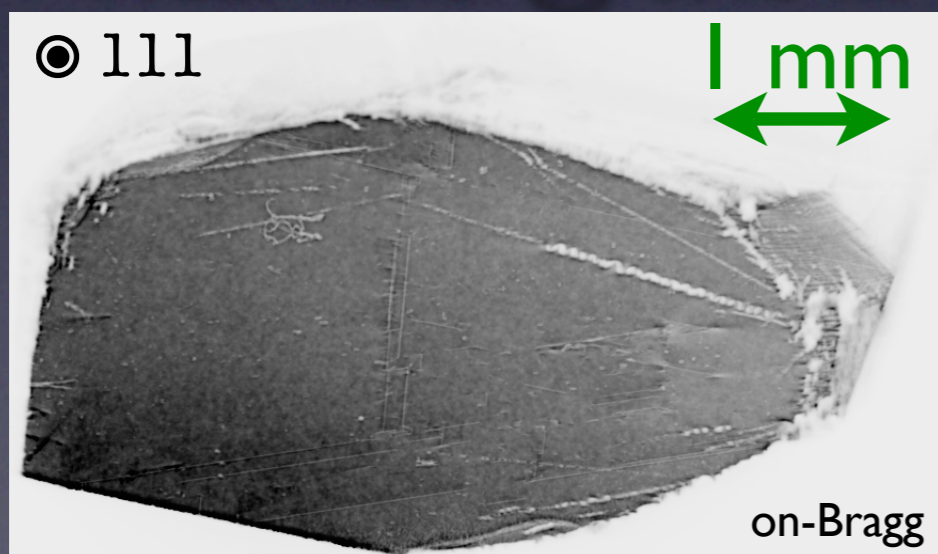
CCD



Far field

Near field: @ 0.46 m

Far field: @ 4.02 m



Far field image

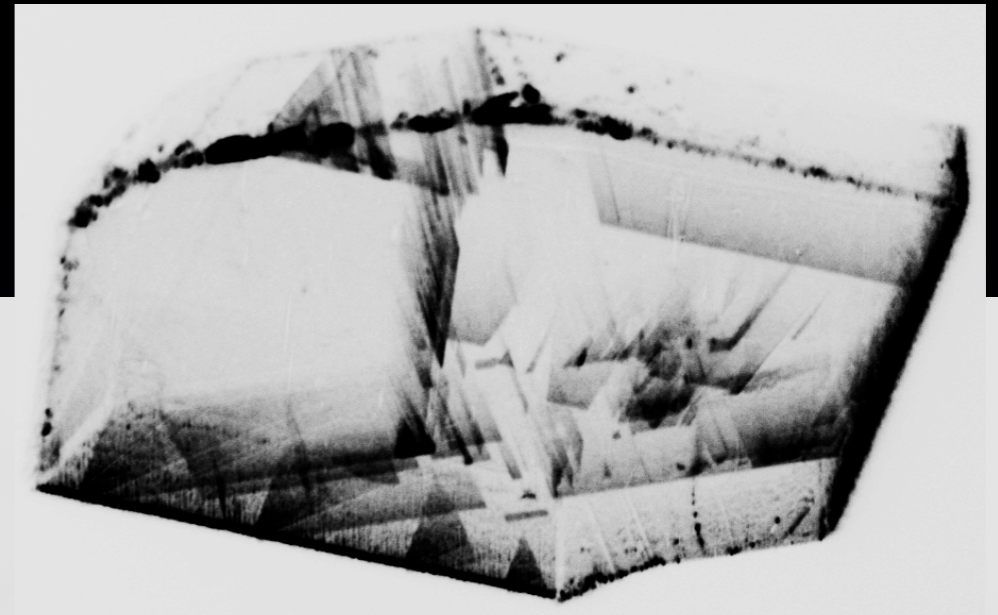
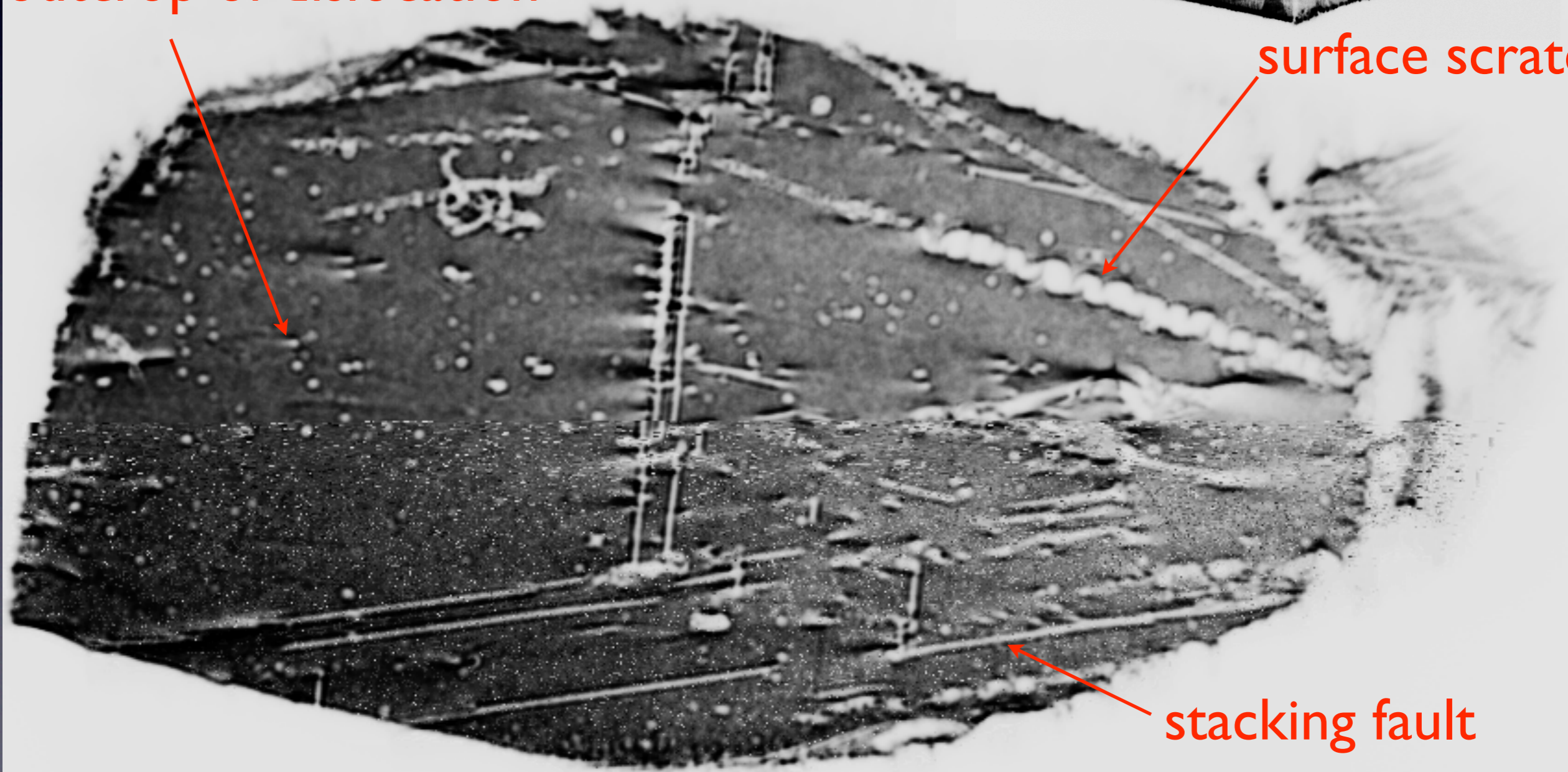
Quasi-plane wave topograph
(reflection topo on the tail of RC)

Plane wave topograph (on Bragg)
@ large distance

outcrop of dislocation

surface scratch

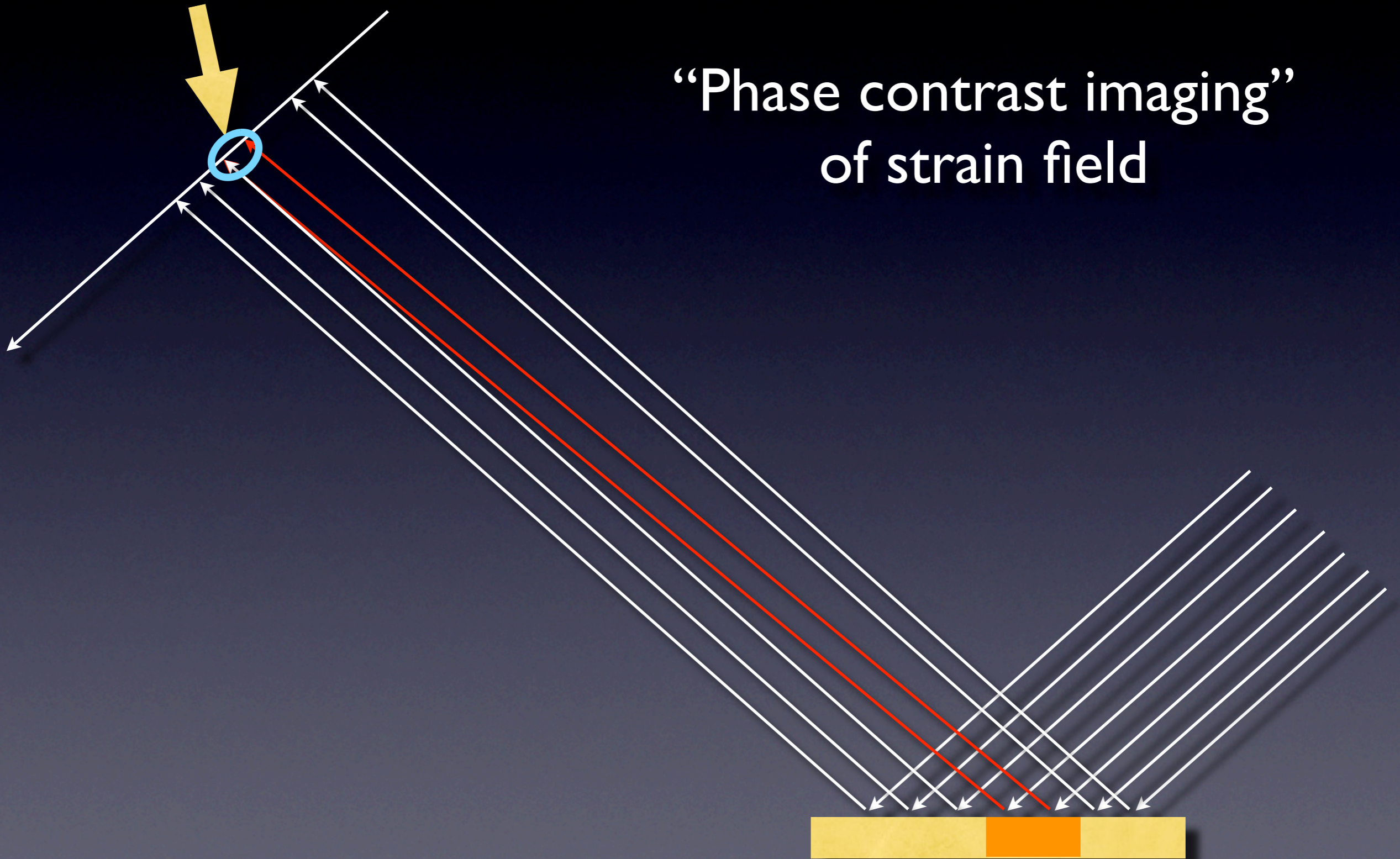
stacking fault



A proposed mechanism

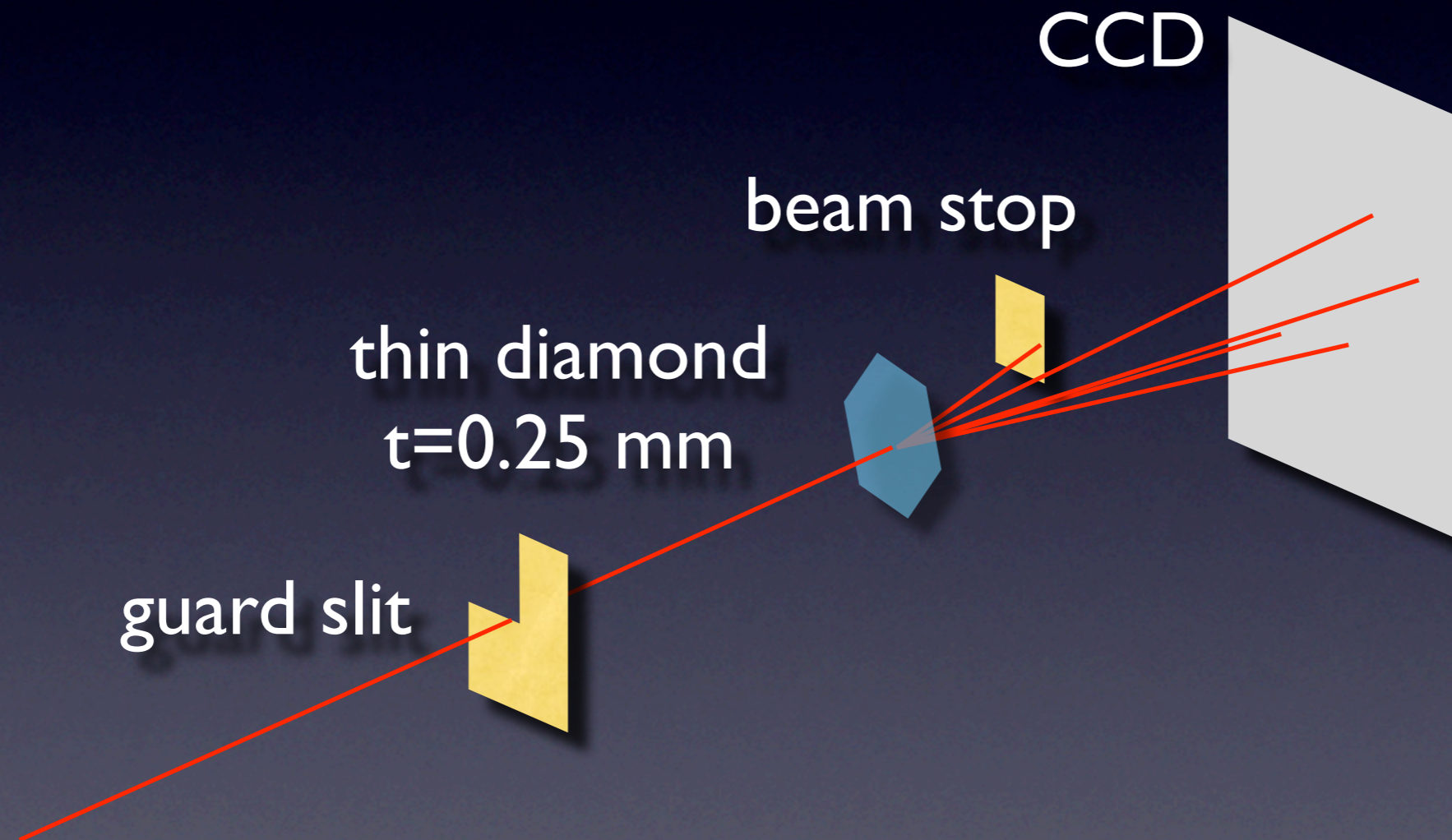
interference

“Phase contrast imaging”
of strain field

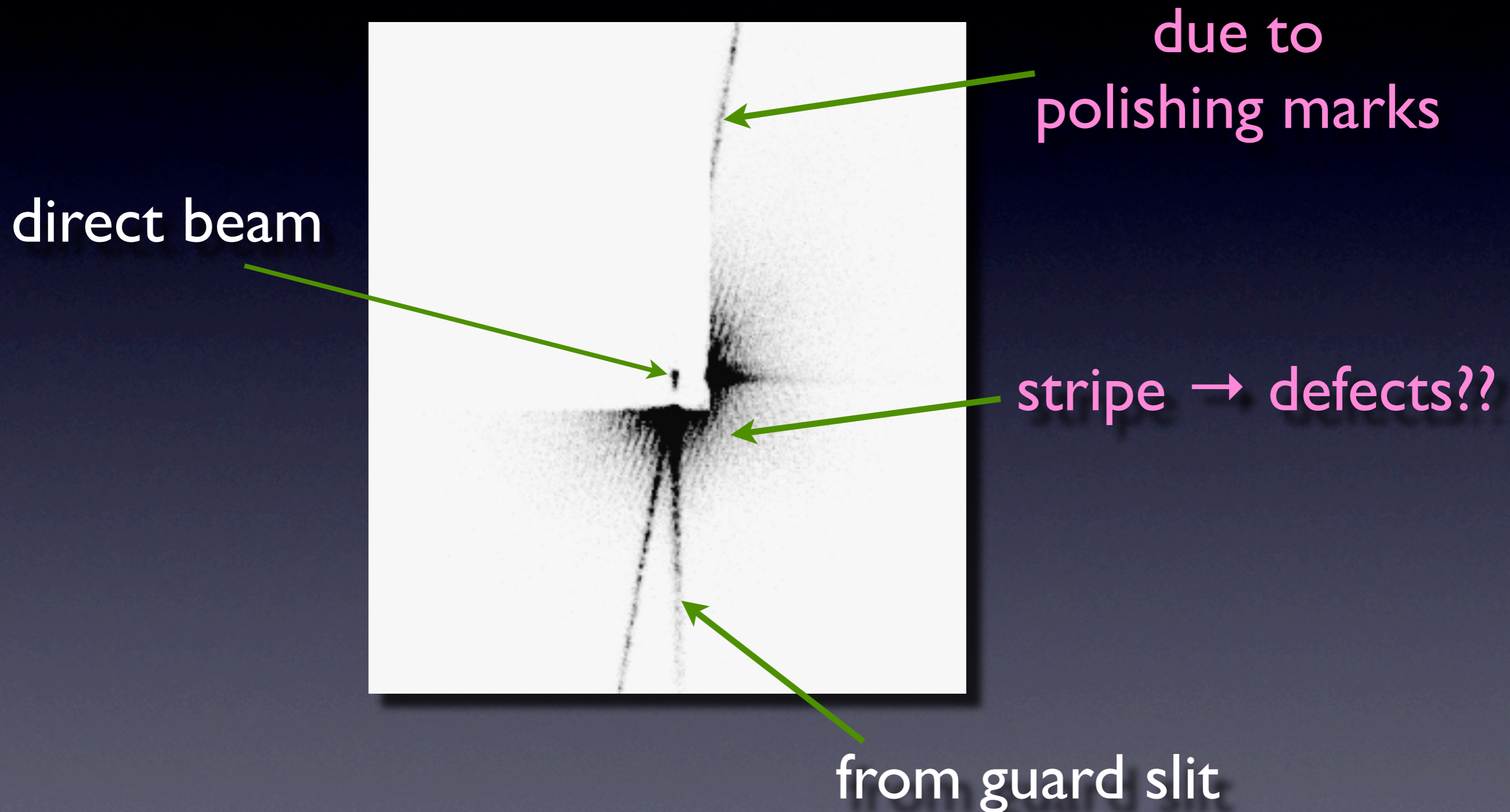


Coherent diffraction imaging of diamond windows

To study what happens under coherent illumination.



Coherent diffraction imaging of diamond windows



まとめ

ダイヤモンドは、高熱負荷分光結晶を始めとして、様々なX線光学素子として利用され始めている。今後XFELの共振器など更に進んだ応用が期待される

But,

結晶性：

かなり良くなっている（分光学、回折はOK）が、高コヒーレンスのビームを扱うにはまだ不十分（イメージングは×）。

表面：

研磨とPCVMを併用することにより、比較的良い表面が得られるが、更なる改善が望まれる。

薄片化：

今後のR&Dが必要。

共同研究者

結晶評価：

石川哲也（理研）、山崎裕史（JASRI）

鈴木基寛（JASRI）、後藤俊治（JASRI）

角谷均（SEI）

X線非線形光学：

澤田桂（理研）