



JAERI-Tech

JP0450377

2004-041



SPring-8 BL11XUにおける 液体窒素冷却シリコン分光結晶の特性評価

2004年3月

戸澤 一清・桐山 幸治・三井 隆也・塩飽 秀啓・原見 太幹

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の問合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 〒319-1195, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 2004

編集兼発行 日本原子力研究所

SPring-8 BL11XU における液体窒素冷却シリコン分光結晶の特性評価

日本原子力研究所関西研究所放射光科学研究センター

戸澤 一清^{*1}・桐山 幸治^{*2}・三井 隆也・塩飽 秀啓・原見 太幹

(2004年2月6日受理)

大型放射光施設 SPring-8 原研ビームライン BL11XU の分光結晶として、水冷ダイヤモンド結晶に換わり液体窒素冷却 Si 結晶を導入した。BL11XU では 6~70keV の広範囲の X 線エネルギーを利用するために、Si(111) および Si(311) の 2 個の結晶面を切り替えることのできる面切替システムを開発した。

本システムは、入射 X 線に垂直な水平軸(X 軸)方向に平板結晶 2 個を並置し、X 軸駆動ステージにより結晶交換を行う。結晶~結晶ホルダ間、および結晶~結晶間に厚さ 0.1~0.2mm のインジウムシートを、緩衝材および伝熱材として使用した。2 個の結晶を並列に並べた場合でも、結晶に歪みを生じることなく固定できること、単体結晶と同様に冷却能力をもつことを調べるために結晶評価を行った。

結晶の評価は X 線発生装置を用いたオフライン評価とビームライン分光器に設置して放射光を用いたオンライン評価を二結晶で行った。オフライン評価では、Si(111)面および Si(311)面のいずれのロッキングカーブも形状は良好であり、半値幅は理論値に一致し、結晶に歪みは生じておらず、2 個の結晶を並列に並べて固定する方法に問題がないことがわかった。

また、アンジュレータ放射光を用いるオンライン実験では熱負荷による影響が見られず、冷却性能も良好であることがわかった。今までと比較して、蓄積電流値 100mA に換算したフラックスは、14.4keV では水冷ダイヤモンド結晶に比べて、Si(111)面で約 7.4 倍にあたる 3.4×10^{13} photons/sec、Si(311)面で約 2.4 倍にあたる 1.1×10^{13} photons/sec が得られるなど、X 線強度の向上が実現した。

関西研究所：〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都 1-1-1

^{*1} 業務協力員：石川島播磨重工業株式会社

^{*2} 業務協力員：スプリングエイトサービス株式会社

Characterization of Cryogenically Cooled Silicon Crystals,
for the Double-crystal Monochromator on BL11XU at SPring-8

Kazukiyo TOZAWA^{*1}, Koji KIRIYAMA^{*2}, Takaya MITSUI, Hideaki SHIWAKU
and Taikan HARAMI

Synchrotron Radiation Research Center
Kansai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Mikazuki-cho, Sayo-gun, Hyogo-ken

(Received February 6, 2004)

Liquid-N₂-cooled Si crystals have replaced water-cooled diamond crystals for the double-crystal monochromator on the JAERI beamline, BL11XU at SPring-8. To use the whole energy range from 6 to 70keV, we developed the multi-crystal switching system, which can switch various crystals by a horizontal translation (X) stage perpendicular to the beam axis, and adopted the dual symmetric Si geometry, Si(111)/Si(311). The crystals are put side by side together with an indium sheet of 0.1 or 0.2 mm in thickness as a thermal conductor. The off-line experiment was performed to characterize the degree of the crystal strain, which may be introduced from the way of assembling in the crystal holder or upside-down posturing particularly for the second crystal of double-crystal monochromator. With MoK α_1 radiation from the x-ray generator, rocking curves from the dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), for the second crystal were measured by the double-crystal diffractometer of parallel setting for the precise measurement of the crystal strain. Each of the observed FWHM was almost constant and identical to the calculated FWHM wherever an x-ray impinges on the crystal surface. These crystals were installed in the undulator beamline, BL11XU with cryogenically cooled condition, and tested for the performance by measuring the reflected intensity and the width of rocking curves. Highly improved results, in comparison with those in the water-cooled diamond case, were obtained.

Keywords: JAERI Beamline, BL11XU, SPring-8, Cryogenically Cooled Monochromator, Dual Symmetric Silicon Geometry, Rocking Curve, FWHM, Multi-crystal Switching System

^{*1}Cooperative Staff: Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co.,Ltd. (IHI)

^{*2}Cooperative Staff: SPring-8 Service Co.,Ltd. (SES)

目 次

1.はじめに	1
2.オフライン評価	3
2.1 実験方法	3
2.1.1 装置・試料	3
2.1.2 実験手順	4
2.2 実験結果および考察	4
2.2.1 ロッキングカーブ	4
2.2.2 理論半値幅との比較	4
2.3 オフライン評価のまとめ	5
3.オンライン評価（放射光ビームライン実験）	12
3.1 実験方法	12
3.1.1 装置・試料	12
3.1.2 実験手順	13
3.2 実験結果および考察	13
3.2.1 強度測定	13
3.2.2 ロッキングカーブ測定	14
3.3 オンライン評価のまとめ	15
4.おわりに	26
謝辞	26
参考文献	27

Contents

1. Introduction	1
2. Off-line Evaluation	3
2.1 Experimental Method	3
2.1.1 Apparatus and Samples	3
2.1.2 Experimental Procedure	4
2.2 Results and Discussion	4
2.2.1 Observed Rocking Curves	4
2.2.2 Comparison between Observed FWHM and Calculated FWHM	4
2.3 Summary of Off-line Evaluation	5
3. On-line Evaluation (Experiment on Beamline)	12
3.1 Experimental Method	12
3.1.1 Apparatus and Samples	12
3.1.2 Experimental Procedure	13
3.2 Results and Discussion	13
3.2.1 Intensity Measurement	13
3.2.2 Rocking Curve Measurement	14
3.3 Summary of On-line Evaluation	15
4. Conclusion	26
Acknowledgements	26
References	27

1. はじめに

大型放射光施設 SPring-8 原研アンジュレータビームライン BL11XU[1]では、ビームライン高度化の一環としてX線性能、とりわけX線強度をさらに向上させるために、今まで使用していた水冷ダイヤモンド結晶[2]に換わり液体窒素冷却 Si 結晶を分光結晶として導入した[3-5]。これには近年 BL11XU と同様の SPring-8 アンジュレータビームラインで Si 分光結晶の液体窒素冷却化が積極的に推し進められ、その飛躍的な性能向上が認められてきたことが背景にある[6,7]。BL11XU では核共鳴散乱実験、XAFS 実験、非弾性散乱実験、および表面界面実験を推進するために、エネルギー範囲にして 6~70keV にわたり X 線を利用する。ブラッグ角範囲が 3~27° の既設の分光器を用いて広いエネルギーを得るために、6~37keV を Si(111)面で、37~70keV を Si(311)面で使用すれば良い。そこで、BL11XU では、結晶交換機能（マルチ結晶分光システム）をもつ液体窒素冷却分光器を開発した[3,4]。2 個の結晶を並列に配置しひとつの結晶ホルダに固定するこの方法は初めての試みである。

本システムは、主に次の 3 つの特徴を持つ。

- ①SPring-8 で実績のある液体窒素冷却分光器と同様の結晶ホルダ構造[6,7]をとる
- ②入射 X 線に垂直な水平軸(X 軸)方向に平板結晶 2 個を並置する
- ③X 軸駆動ステージにより結晶面を切り替える

結晶ホルダにおいて実績のある構造を踏襲することで低温時ホルダ部材収縮により分光結晶に不均衡な応力が発生したり拘束が緩んだりするなどの懸念が払拭されるとともに除熱性能に一定の信頼を置くことができる。2 個の結晶が両側から結晶ホルダにより均等な力で水平に固定されるように並置されており、結晶に歪みを与えないように、かつ効率のよい熱伝達が行われるように結晶～結晶ホルダ間のみならず、結晶～結晶間にも厚さ 0.1~0.2mm のインジウムシートを伝熱材として装着する。X 軸駆動ステージについては、改造によりストロークがこれまでの±5mm から幅 25mm の結晶を切り替えるのに十分な大きさの±20mm にまで拡大した。

ただし、結晶のインジウムシート接触面平行度が一定の精度で得られなければ、ホルダへの固定時に結晶がインジウムシートから受ける水平荷重、または第 2 結晶特有の上下反転姿勢時に結晶が受ける鉛直方向摩擦力に不均衡が生じ、結晶に歪みが発生する可能性がある。加えて、インジウムシートの接触に不均衡が生じることによって熱伝達効率が悪化すると、熱負荷を十分に除去することができなくなり、放射光実験の際結晶に熱歪みが発生する可能性がある。

そこで、2 個の結晶を並列に並べた場合でも、結晶に歪みを生じることなく固定できること、および単体結晶と同様に冷却能力をもつことを調べるために、結晶評価を行った。

まず、スライシングマシンによる結晶の切出しを行い、表面処理を施すことにより、所定の数量の分光結晶を用意した。それから、ホルダに結晶 2 個を並列に組み込み、機械的な取付け方法および姿勢に問題がないかどうかを確認する目的で、オフライン X 線回折装置による第 2 結晶の

結晶性評価実験を行った。次に、分光結晶を放射光ビームライン BL11XU の実機に搭載し、アンジュレータ放射光による高熱負荷条件下で、実際に液体窒素循環装置で結晶冷却を行った場合の結晶性評価実験を行った。

次章以降では、オフラインでの二結晶法を用いたロッキングカーブ測定による結晶性評価、および BL11XU における結晶性評価について述べる。

2. オフライン評価

オフライン評価の実験方法について装置・試料および手順の概略を述べた後、ロッキングカーブに関する実験結果についてX線入射位置依存性の有無および理論計算値との比較に関する考察を行い、ホルダに結晶2個を組み込み上下反転姿勢に設置した状態における結晶性について評価を行った。

2.1 実験方法

2.1.1 装置・試料

(1) 光学系

SPring-8 利用実験施設 1F 恒温室(22°C)に設置された結晶評価装置を用いた。装置の写真を Photograph 2-1 に、実験に使用する光学系を Figure 2-1 に示す。

1) X 線発生装置

X 線発生装置は M18XHF-SRA(株式会社 マック・サイエンス社製)を使用した。本装置は回転対陰極型で、連続定格出力は 18kW、焦点サイズは 0.5×10mm である。ターゲットには Mo を選択し、特性 X 線 MoK α_1 ($\lambda=0.7093\text{\AA}$, $E=17.48\text{keV}$)を利用した。運転条件として管電圧および管電流は、Si(111)面の評価では 35kV, 10mA、Si(311)面では 35kV, 30mA で使用した。

2) ゴニオメータ

ゴニオメータは、高精度ゴニオメータ(上流θ 軸ユニット:型番 RST-6KI, 分解能 0.0002°/pulse)および超高精度ゴニオメータ(下流θ 軸ユニット:型番 KTG-15D, 分解能 0.01arcsec/pulse)を Z ステージ KHI-4S および KHI-4SK に組付け、光学定盤(K16-20)の XY ステージ上に取付けた(いずれも神津精機株式会社製)。光源からそれぞれの回転中心までの距離は上流 620mm、下流 1120mm とした。二結晶(+,-)平行配置にて対称プラグ反射が得られるようにプラグ角・あおり角・高さをパルスモータ駆動にて調節を行った。{プラグ角は Si(111)面: 6.495°、Si(311)面: 12.51°}

3) コリメート用結晶

第1結晶には Si(111)面の評価では Si(111)面結晶を、Si(311)面では Si(311)面結晶を使用した。いずれも対称反射結晶で、設計寸法は幅 25mm×長 90mm×高 35mm である。これを専用ステージに蜜蠍にて取付け、上流ゴニオメータに設置した。

4) スリット

上中下流スリット(Slit 1,2,3)を光学定盤上に用意し、次に示す開口寸法および位置で使用した。
上流スリット(Slit 1): 開口 高 1mm×幅 10mm コリメート用結晶直前に配置(光源から 345mm)
中流スリット(Slit 2): 開口 高 10mm×幅 100 μm 評価結晶直前に配置(光源から 920mm)

下流スリット(Slit 3)：開口 高 10mm×幅 10mm 検出器直前に配置(光源から 1620mm)

5) 検出器

検出器には、NaI(Tl)シンチレーションプローブ Type SP-10型(応用光研工業株式会社製)を用意し、光源から 1650mm の位置に設置した。その他パルス計数回路には、プリアンプ、メインアンプ、波高分析器、スケーラ、タイマーで構成されるものを使用した。

(2) 評価結晶および結晶ホルダ(第二結晶のみ)

評価結晶は Si(111)面および Si(311)面の 2 個で対称反射結晶である。設計寸法は、いずれも幅 25mm×長 90mm×高 35mm である。これら 2 個の結晶を液体窒素間接冷却用結晶ホルダ[6,7] に組み込んだ(Photograph 2-2)。結晶～結晶ホルダ間、および結晶～結晶間には厚さ 0.1mm のインジウムシート 3 枚を装着した(Figure 2-2)。これらをホルダに組み込んだ状態で治具を用いて上下反転姿勢にて下流ゴニオメータに設置した。

2.1.2 実験手順

まず、X 線回折装置を組上げMoK α_1 線を発生させ、上流スリット(Slit 1)の開口寸法、上流ゴニオメータの各駆動軸、中流スリット(Slit 2)の開口寸法、下流ゴニオメータの各駆動軸の調整を順に行った。次いで、第二結晶の Si(111)面、Si(311)面それについて、X ステージにより下流ゴニオステージ全体を移動させることで Figure 2-3 に示すように X 線の入射位置を結晶中央(結晶境界)から X 軸方向に 0.5~1mm ステップでラインスキャンさせ、それぞれの位置でロッキングカーブを測定した。

2.2 実験結果および考察

Si(111)面、Si(311)面それについて、ラインスキャン時に測定したロッキングカーブの半値幅・ピーク強度・ピーク位置を Table 2-1 に示す。

代表的なロッキングカーブとして入射位置を結晶中央から 1,2,6mm の位置にセットして測定したものを Figure 2-4 に、入射位置の変化に伴う半値幅の推移を Figure 2-5 に示す。

2.2.1 ロッキングカーブ

Table 2-1 および Figure 2-4 により、Si(111)面、Si(311)面のロッキングカーブについて、ピーク強度、ピーク位置は入射位置に依存せず一定の値をとる事がわかった。さらに Table 2-1 および Figure 2-5 から、本結晶面の半値幅が入射位置に依存せずほぼ一定であることが確認された。

2.2.2 理論半値幅との比較

Figure 2-6 には Si(111)面、Si(311)面それについて吸収を考慮した MoK α_1 に対する理論ロ

ツкиングカーブ(対称プラッグケース)を示す。本曲線より得られる半値幅に(+-)平行配置によるたたき込みの効果を考慮した理論半値幅は近似的に以下の通りとなる。

$$\omega_{c(111)} = \sqrt{2} \cdot \omega_{(111)} = \sqrt{2} \cdot 3.2 \approx 4.5(\text{arc sec})$$

$$\omega_{c(311)} = \sqrt{2} \cdot \omega_{(311)} = \sqrt{2} \cdot 1.3 \approx 1.8(\text{arc sec})$$

測定値との比較のため理論半値幅 Si(111)面 ~4.5 arcsec、Si(311)面 ~1.8 arcsec を表す 2 線を Figure 2-5 上に追加した。測定された半値幅は、Si(111)面、Si(311)面それぞれについて入射位置に依存せず理論値とほぼ同程度であることがわかった。

2.3 オフライン評価のまとめ

ホルダに結晶 2 個を組み込み、実際の分光器の第二結晶で使用する状態にて、室温において二結晶法によるロッキングカーブ測定を Si(111)面、Si(311)面それぞれについて行った。その結果、いずれの結晶面についても、次のことがわかった。

- ・半値幅・ピーク強度・ピーク位置が入射位置に依存せずほぼ一定である。
- ・測定された半値幅が理論計算値とほぼ同程度である。

従って、本結晶の結晶性がよいことがわかった。以上より、室温ではホルダの固定や上下反転姿勢が結晶に与える影響は実用上無視できる程度であることを確認できた。

図・表・写真リスト(2章)

Figure 2-

- 1 Schematic view of the optical system for the off-line experiment.
- 2 Schematic view of an assembly of cryogenically cooled Si crystals and Cu cooling blocks.
- 3 Schematic view of x-ray hitting points on the crystal surface.
- 4 Observed rocking curves with MoK α_1 radiation (17.48 keV) at the x-ray hitting points of 1,2 and 6 mm offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311), along X-axis perpendicular to the beam axis.
- 5 Observed FWHM with MoK α_1 radiation (17.48 keV) as a function of the offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311) to an x-ray hitting point, along X-axis perpendicular to the beam axis, together with the calculated (convoluted) FWHM.
- 6 Calculated (intrinsic) rocking curves from Si(111) and Si(311) with MoK α_1 radiation (17.48keV).

Table 2-

- 1 Observed FWHM, maximum intensity and peak position with MoK α_1 radiation (17.48 keV) as a function of the offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311) to an x-ray hitting point, along x-axis perpendicular to the beam axis.

Photograph 2-

- 1 X-ray generator and double-crystal diffractometer of (+,-) parallel setting.
- 2 Assembly of cryogenically cooled Si crystals and Cu cooling bolcks.

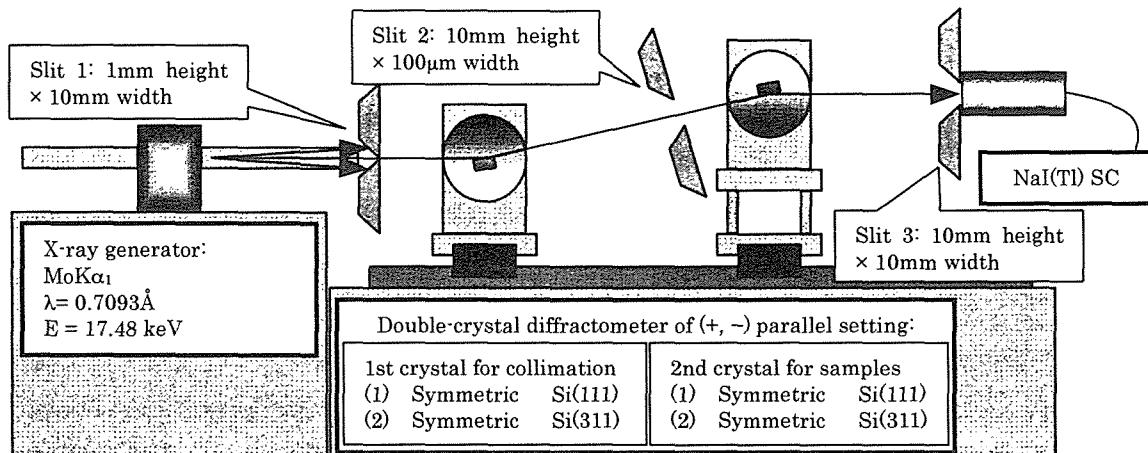


Figure 2-1 Schematic view of the optical system for the off-line experiment (not to scale).

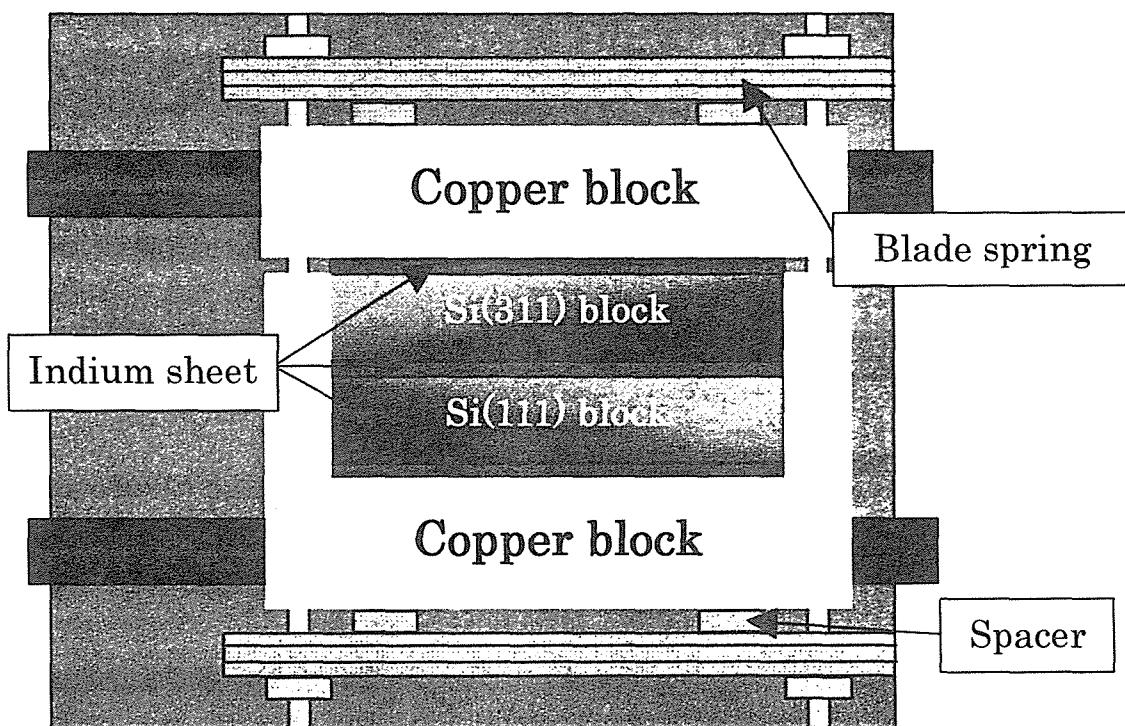


Figure 2-2 Schematic view of an assembly of cryogenically cooled Si crystals and Cu cooling blocks.

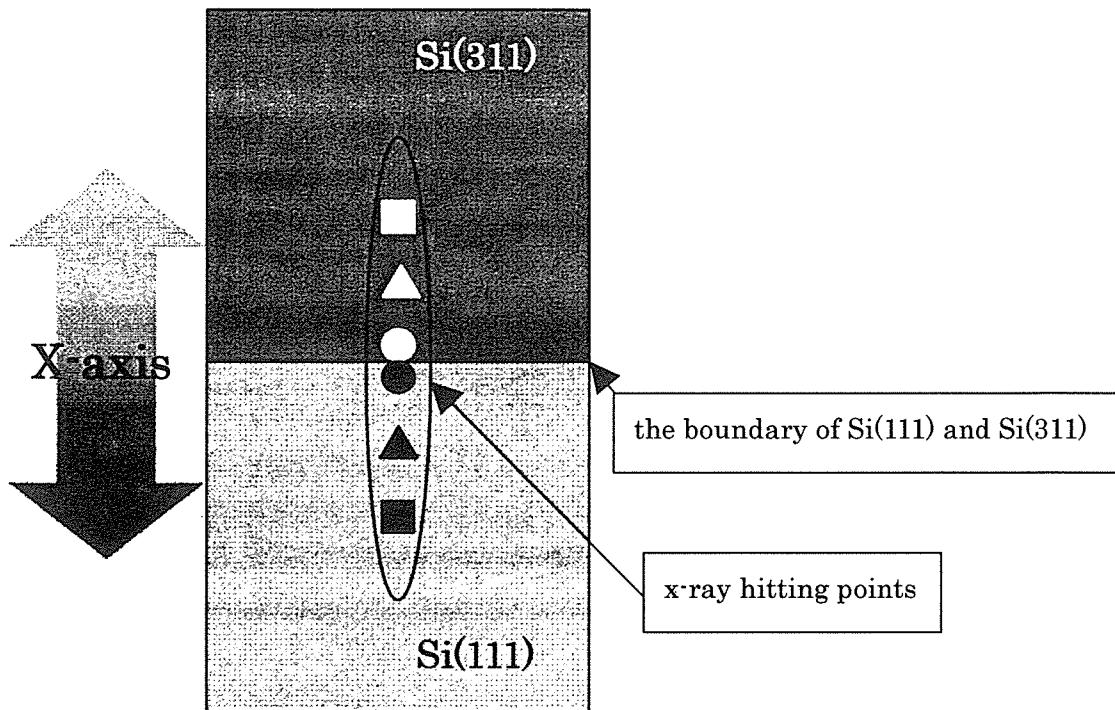


Figure 2-3 Schematic view of x-ray hitting points on the crystal surface.

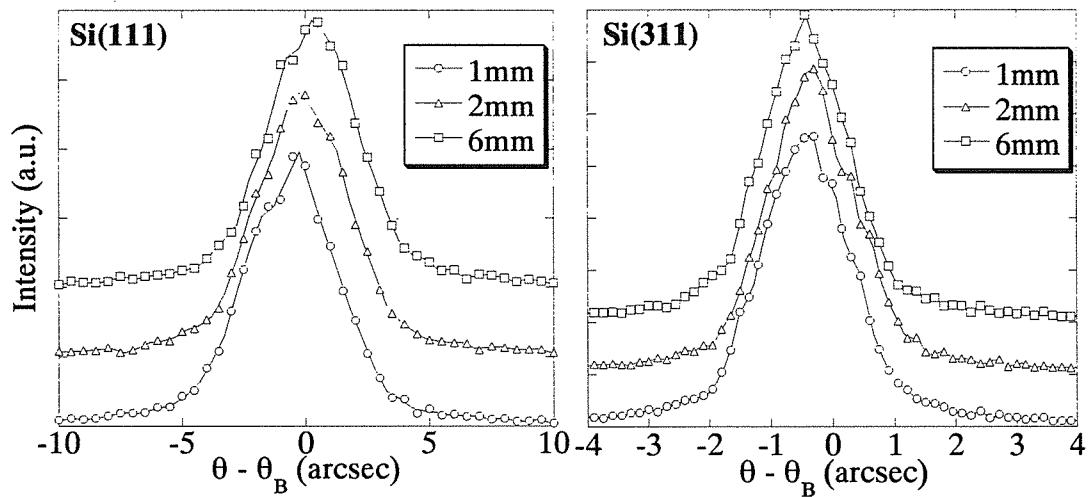


Figure 2-4 Observed rocking curves with MoK α_1 radiation (17.48 keV) at the x-ray hitting points of 1, 2 and 6 mm offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311), along X-axis perpendicular to the beam axis.

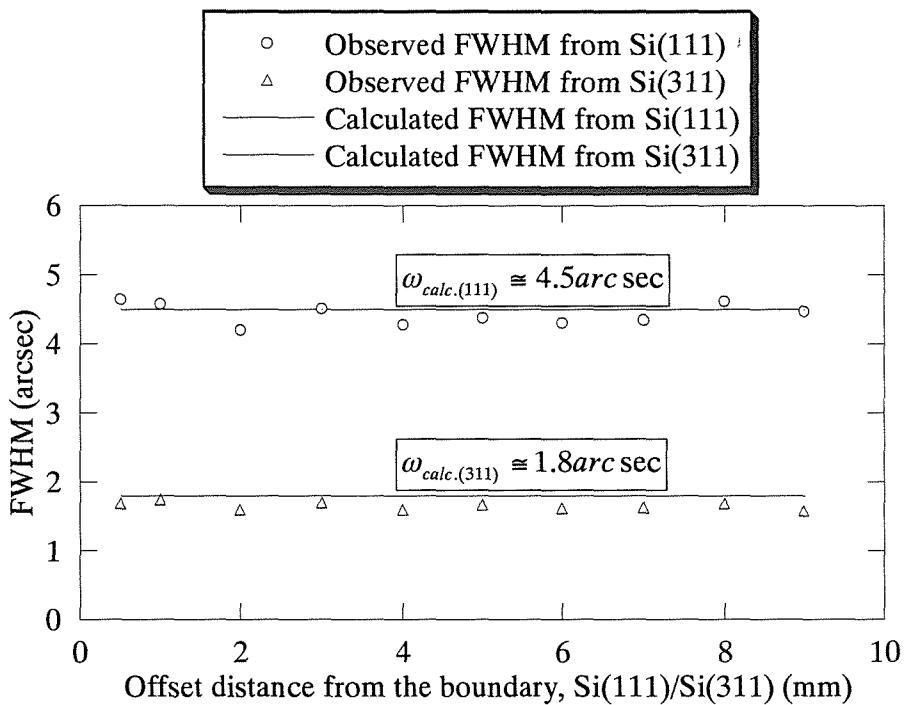


Figure 2-5 Observed FWHM with MoK α_1 radiation (17.48 keV) as a function of the offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311) to an x-ray hitting point, along X-axis perpendicular to the beam axis, together with the calculated (convoluted) FWHM.

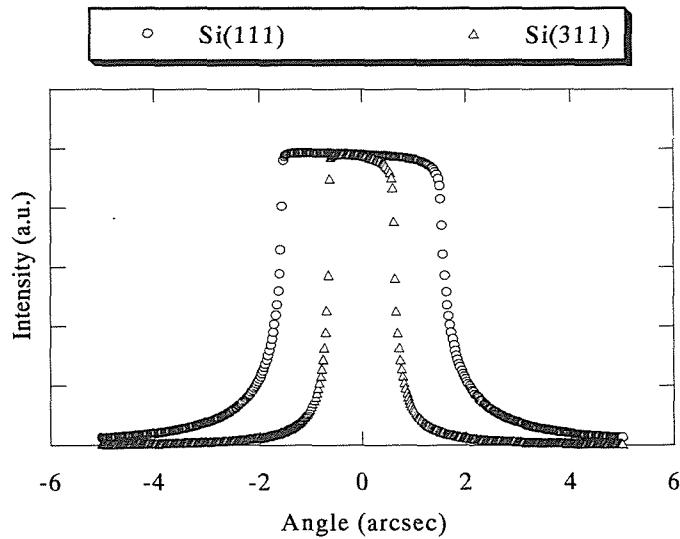
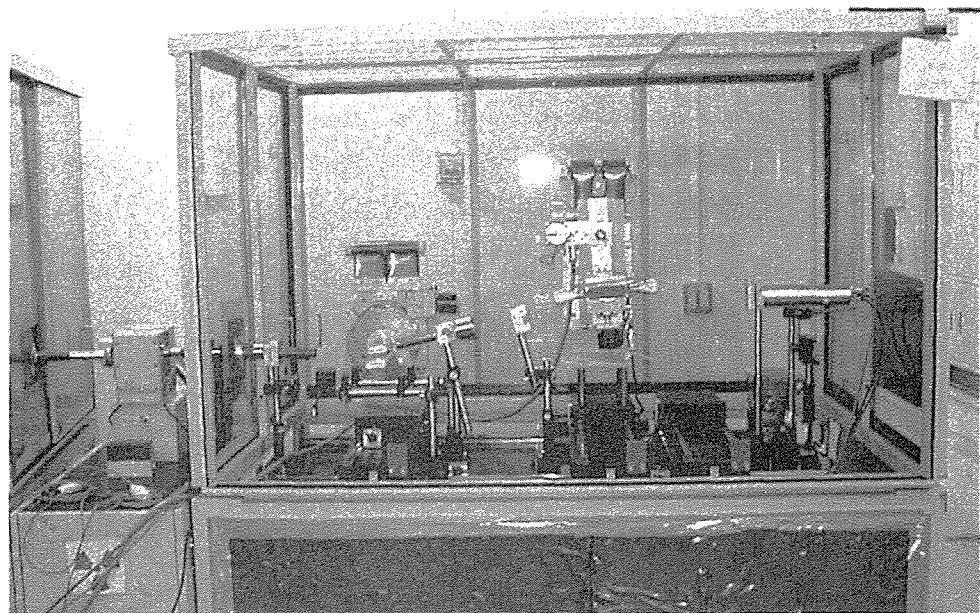


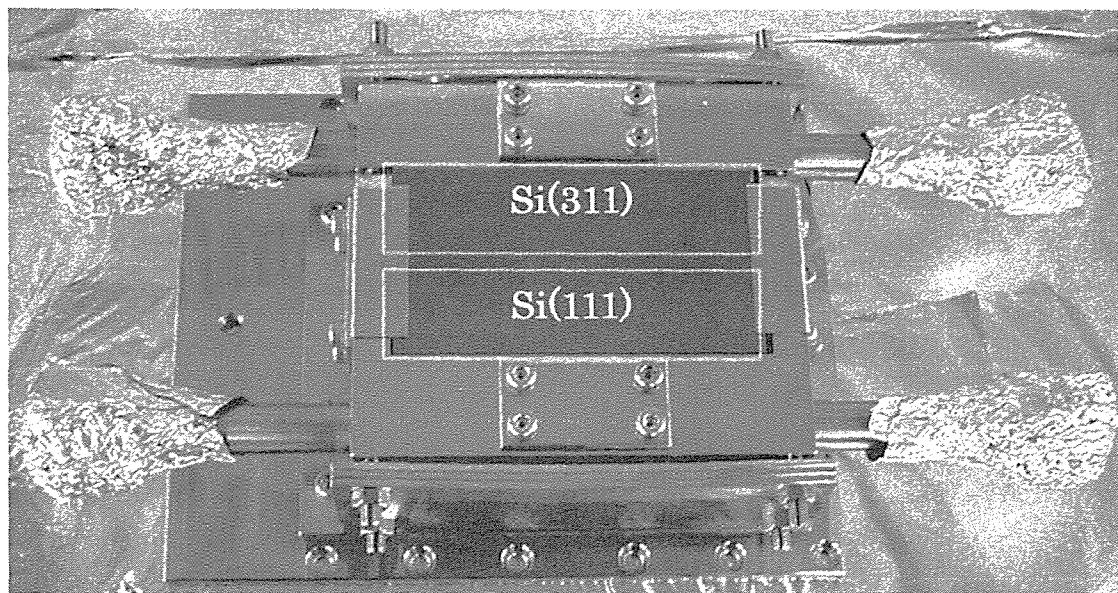
Figure 2-6 Calculated (intrinsic) rocking curves from Si(111) and Si(311) with MoK α_1 radiation (17.48keV).

Table 2-1 Observed FWHM, maximum intensity and peak position with MoK α_1 radiation (17.48 keV) as a function of the offset distance from the boundary of Si(111) and Si(311) to an x-ray hitting point, along x-axis perpendicular to the beam axis.

Offset distance (mm)	FWHM (arcsec)		Maximum intensity (a.u.)		Peak position (arcsec)	
	Si(111)	Si(311)	Si(111)	Si(311)	Si(111)	Si(311)
0	-	-	-	-	-	-
0.5	4.64	1.68	766	1145	0	-0.52
1	4.58	1.74	779	1114	-0.5	-0.07
2	4.2	1.6	757	1175	0	-0.07
3	4.51	1.69	788	1140	0	-0.07
4	4.28	1.6	773	1156	0	-0.22
5	4.38	1.67	758	1175	0.5	-0.22
6	4.31	1.62	766	1180	0.5	-0.22
7	4.35	1.63	799	1153	0.5	0.23
8	4.62	1.68	794	1189	0.5	0.23
9	4.47	1.58	820	1164	0.5	0.38



Photograph 2-1 X-ray generator and double-crystal diffractometer of (+,-) parallel setting.



Photograph 2-2 Assembly of cryogenically cooled Si crystals and Cu cooling blocks.

3. オンライン評価（放射光ビームライン実験）

放射光ビームライン BL11XU での実験方法を述べた後、液体窒素冷却 Si 結晶と水冷ダイヤモンド結晶の X 線強度の比較、ロッキングカーブ半値幅より判断できる熱負荷依存性の有無、および半値幅のエネルギー依存性について結晶性の評価を行った。

3.1 実験方法

3.1.1 装置・試料

(1) 光学系

以下の装置を配備する BL11XU にて実験を行った。Figure 3-1 に光学系の概略図を示す。

1) 真空封止型 X 線アンジュレータ[8]

光源は真空封止型 X 線アンジュレータである。Photograph 3-1 に装置の写真を示す。本装置の永久磁石列は全長 4480mm、周期数 140、磁場周期長 32mm である。このアンジュレータから得られる放射光を 6~70keV の範囲で利用する。

2) フロントエンドスリット[9]およびグラファイトフィルター

Photograph 3-2 に機器の写真を示す。フィルターには松下電器産業株式会社製 パナソニック グラファイト(密度 1g/cm³)が装着されている。光源から機器中心までの距離は、スリットは 28.9m、グラファイトフィルターは 27.5m である。スリット開口は縦 1mm×横 1mm、フィルターの厚さは 0.3mm である。

3) 二結晶分光器[4]

Photograph 3-3 に装置の写真を示す。主軸 θ 軸(3~27°、分解能 0.2arcsec/pulse)・光軸方向並進軸 Y 軸・高さ Z 軸・ブラッグ微角 Δθ 軸(分解能 0.01arcsec/pulse)・光軸直角水平軸(面切替軸) X 軸・あおり軸 α 軸はパルスモータにより、二結晶面間調整軸 Zc 軸はメカニカルカムにより駆動する。光源から第二結晶回転中心までの距離は 38.7m である。X 軸ステージは Si(111)面使用時約 10mm リング側へ、Si(311)面使用時約 15mm ホール側へ移動させた。

4) 液体窒素循環装置[6,7,10]

Photograph 3-4 に装置の写真を示す。本実験では熱交換器温調にて、液体窒素温度を 75K、液体窒素流量を約 5l/min としている。

5) 検出器

シリコン PIN フォトダイオード(浜松ホトニクス株式会社製 S3584 シリーズ、縦 28mm×横 28mm)を用い[11]を光源から 48.3m の位置に設置した。Photograph 3-5 に検出器の写真を示す。電流値の読み取りには 6514 system electrometer および 486 picoammeter(いずれも Keithley Instruments Inc.社製)を使用した。その他計数回路には、スケーラ、タイマー、VF コンバーターで構成されるものを使用した。

(2) 分光結晶

第一結晶は、結晶～結晶間のインジウムシート厚さのみ 0.2mm としたこと以外はすべて第二結晶用と同様にしてホルダに組み込んだ。これらの結晶をあらかじめ原点調整を行った二結晶分光器ゴニオステージに設置した。Photograph 3-6 に写真を、Figure 3-2 に概略図を示す。

3.1.2 実験手順

(1) 強度測定

まず、分光器の主軸 θ 軸のエネルギー較正、定位置出射などの調整を行った。実験直前にアンジュレータの磁石列間距離（ID-Gap 値）を所定の値に調整し、結晶にX線を照射し結晶ホルダの温度が安定するまで待機した。次に、Si(111)面、Si(311)面それぞれについて分光エネルギー 14.4keV に θ 軸・ID-Gap 値を調整した。検出器にはシリコン PIN フォトダイオードを用い、 $\Delta\theta_2$ および ID-Gap 値を交互にスキャンし、検出器電流値が最大となる条件に調整し、その値をピーク強度として記録した。X線の強度（ブラックス photons/sec）は、検出器の電流値を所定の変換効率を用いて算出した。検出器の電流値およびブラックスのいずれも測定時蓄積電流値を 100mA として換算することにより規格化した。

(2) ロッキングカーブ測定

(1)と同様に結晶にX線を照射し温度が安定するまで待機した後、Si(111)面、Si(311)面それぞれについて、シリコン PIN フォトダイオード検出器を用い、 $\Delta\theta_2$ スキャンによりロッキングカーブを測定した。熱負荷依存性の実験では、エネルギーを固定し、ID-Gap 値を変化させることで熱負荷を変化させた。エネルギー依存性の実験では、エネルギーを変化させ ID-Gap 値を調整した後、各エネルギーにおけるロッキングカーブを測定した。

3.2 実験結果および考察

Si(111)面、Si(311)面それぞれについて、強度測定結果を Table 3-1 に、ロッキングカーブ測定のうち、熱負荷依存性の実験結果を Figure 3-3~5, Table 3-2 に、エネルギー依存性の実験結果を Figure 3-6~8, Table 3-3 に示す。

3.2.1 強度測定

Table 3-1 により、Si(111)面および Si(311)面について、14.4keV における PIN 電流値、X線強度はそれぞれ 17.1mA, 3.4×10^{13} photons/sec および 5.7mA, 1.1×10^{13} photons/sec となり、今まで使用されていたダイヤモンド(111)面の場合（電流値 2.3mA、ブラックス 4.6×10^{12} photons/sec）と比較すると、Si(111)面では約 7.4 倍に、Si(311)面では約 2.4 倍に増加しており、十分なX線強度が得られていることがわかった。（ブラックスの算出には電流値からの変換効率 5pA / 10000 cps を用いた[11]）

3.2.2 ロッキングカーブ測定

(1) 热負荷依存性

1) Si(111)面

Figure 3-3 により、14.4keV における測定では熱負荷の増加に対し大きな変化は見られなかつた。Figure 3-5 および Table 3-2 により、半値幅は、熱負荷に依存せずほぼ一定の値をとった。従って、熱負荷による結晶の歪みは見られなかつた。

2) Si(311)面

Figure 3-4 により、40keV における測定では Si(111)面と同様に熱負荷が増加しても変化は見られなかつた。Figure 3-5 および Table 3-2 によると得られた半値幅について、目立った増加はなく、これらは熱負荷に依存せずほぼ一定の値をとると考えられる。従って、顕著な熱歪みは認められず、実用上問題ないことがわかつた。

(2) エネルギー依存性

Table 3-4 に、測定エネルギーでの理論的半値幅と(+,-)平行配置の対称プラックケースのたたきこみ効果計算結果を示す。

1) Si(111)面

Figure 3-6 により、エネルギーが増加するにつれてロッキングカーブのピークが鋭くなる傾向が見られる。Figure 3-8 および Table 3-3 により、測定から得られた半値幅については図表に追加した理論半値幅と比較しても、多少の増幅が見られるもののかなり理論値に近く、ほぼ理論通りのエネルギー依存性が認められた。

2) Si(311)面

Figure 3-7 により、エネルギーの増加に対し 40keV 以上ではロッキングカーブのピーク形状に変化が見られなかつた。Figure 3-8 および Table 3-4 により、得られた半値幅は 25keV から 40keV へエネルギーの増加に伴い減少するが、40keV 以上では約 1.9~2.0arcsec のほぼ一定の値をとることがわかつた。図、表に示した理論的半値幅と比較すると、25~67.4keV で理論値の約 1.9~4.0 倍に広がつた。理論値通りのエネルギー依存性が認められなかつた。以上は、Figure 3-5 に示す通り熱負荷による影響ではないので、結晶を設置した分光器の機械的な性質(例えば、振動など)が大きく寄与していると考えられる。Si(111)面のように半値幅が分光器の振動に起因する半値幅増加量よりも相対的に十分に大きい場合には、その増分がたたき込まれても得られる半値幅に対するその寄与は小さく、実際は観測されなかつたことと一致する。一方、Si(311)面のように半値幅が小さく振動による半値幅増加量と同等の場合は、たたき込みによる寄与は有意になり、結果的にロッキングカーブの半値幅が広がることと考えられる。詳細については今後の評価実験が望まれる。

3.3 オンライン評価のまとめ

BL11XUにおいてマルチ結晶交換システム実機での評価実験を行った結果、次のことがわかった。

- ・X線強度は、14.4keVで水冷ダイヤモンド結晶使用時と比較すると蓄積電流値 100mA 換算で Si(111)面では約 7.4 倍にあたる 3.4×10^{13} photons/sec、Si(311)面では約 2.4 倍にあたる 1.1×10^{13} photons/sec が得られ、飛躍的に増加した。
- ・ロッキングカーブは、Si(111)面、Si(311)面どちらも熱負荷による結晶歪みは見られなかった。
- ・ロッキングカーブの半値幅は Si(111)面ではほぼ理論通りにエネルギーに依存する。Si(311)面では 40keV 以上で半値幅が約 1.9~2.0arcsec となりエネルギーの増加に依存しなかった。Si(311)面では、半値幅が理論値と一致せず、広いことがわかった。原因は Figure 3-5 の結果から、結晶の熱負荷によるものではなく、結晶の機械的振動によるものであると考えられる。

図・表・写真リスト(3章)

Figure 3-

- 1 Schematic view of the optical system for the experiment on BL11XU.
- 2 Schematic view of dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), for the double-crystal monochromator.
- 3 Observed rocking curves from Si(111) with an x-ray of 14.4keV for three gaps of the undulator.
- 4 Observed rocking curves from Si(311) with an x-ray of 40keV for three gaps of the undulator..
- 5 Observed FWHM as a function of the gap of the undulator, together with the incident power density to the first crystal.
- 6 Observed rocking curves from Si(111) for various x-ray energies.
- 7 Observed rocking curves from Si(311) for various x-ray energies.
- 8 Observed FWHM of rocking curve from the dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), as a function of x-ray energy.

Table 3-

- 1 Observed peak PIN current and the photon flux with an x-ray of 1st harmonics 14.4keV at the gap of the undulator = 20.1mm.
- 2 Observed FWHM of rocking curve from Si(111) and Si(311), for three gaps of the undulator.
- 3 Observed FWHM of rocking curve from the dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), for various x-ray energies.
- 4 Calculated FWHM of rocking curve from Si(111) and Si(311), for various x-ray energies.

Photograph 3-

- 1 In-vacuum undulator ID11.
- 2 Front end slit and filter.
- 3 Double-crystal monochromator.
- 4 Cryogenic cooling system.
- 5 Silicon PIN photodiode detector.
- 6 Cryogenically cooled silicon crystals installed on the double-crystal monochromator.

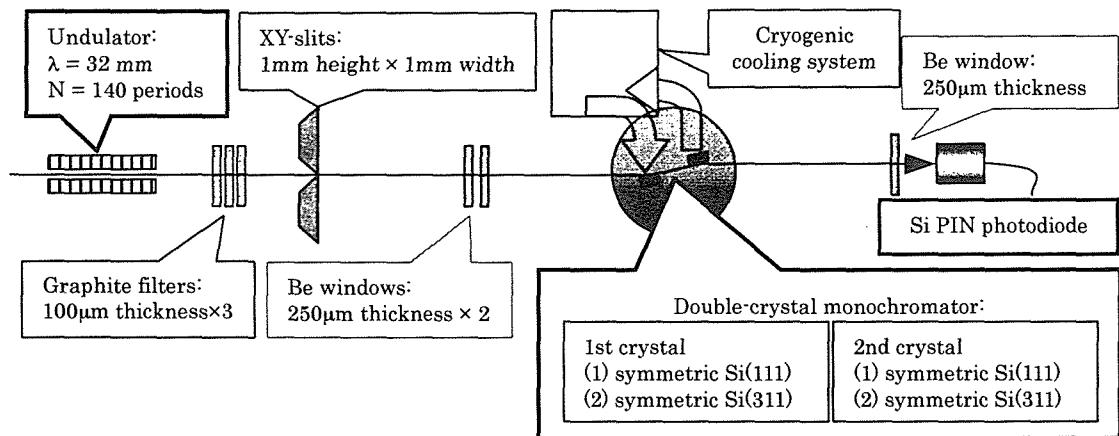


Figure 3-1 Schematic view of the optical system for the experiment on BL11XU (not to scale).

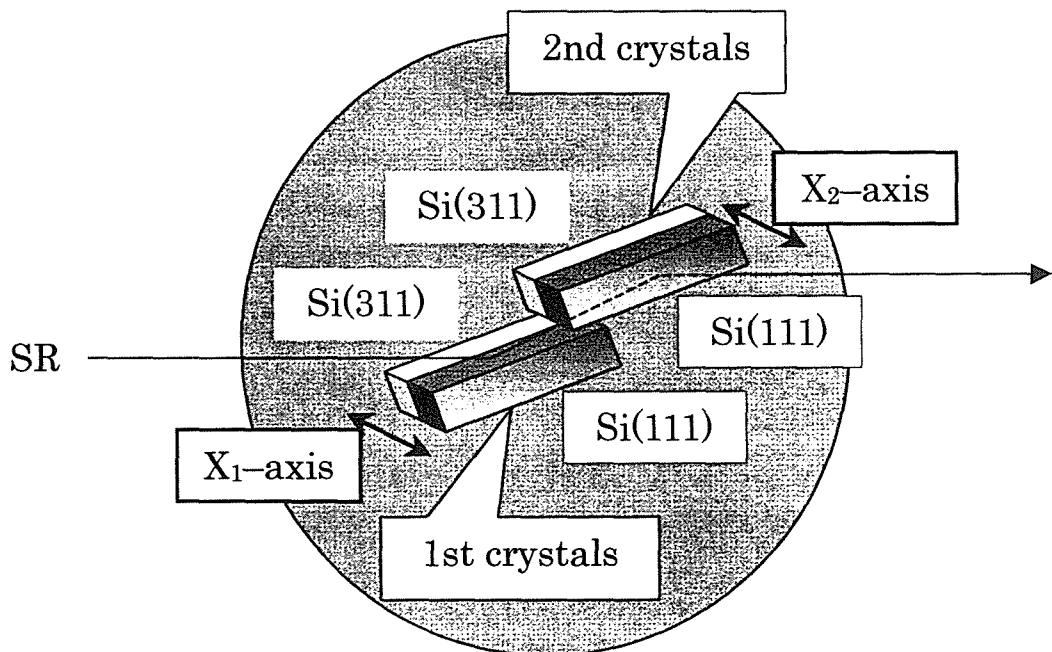


Figure 3-2 Schematic view of dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), for the double-crystal monochromator.

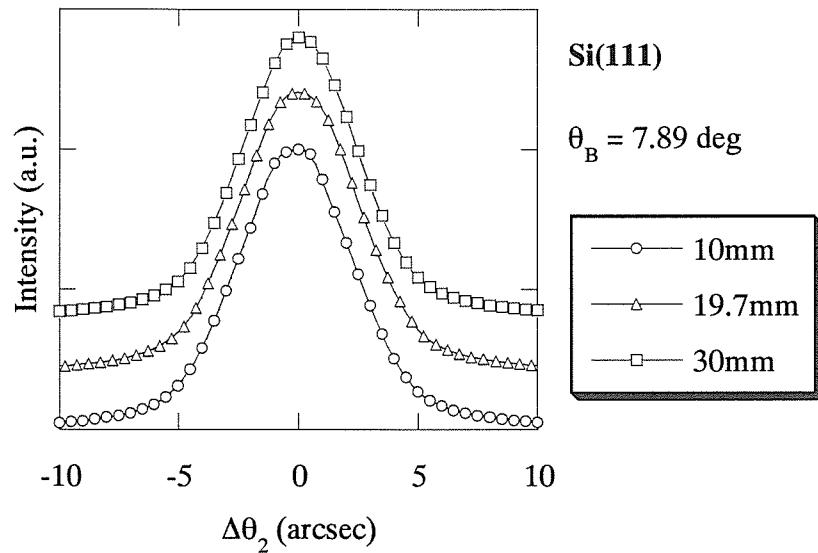


Figure 3-3 Observed rocking curves from Si(111) with an x-ray of 14.4keV for three gaps of the undulator.

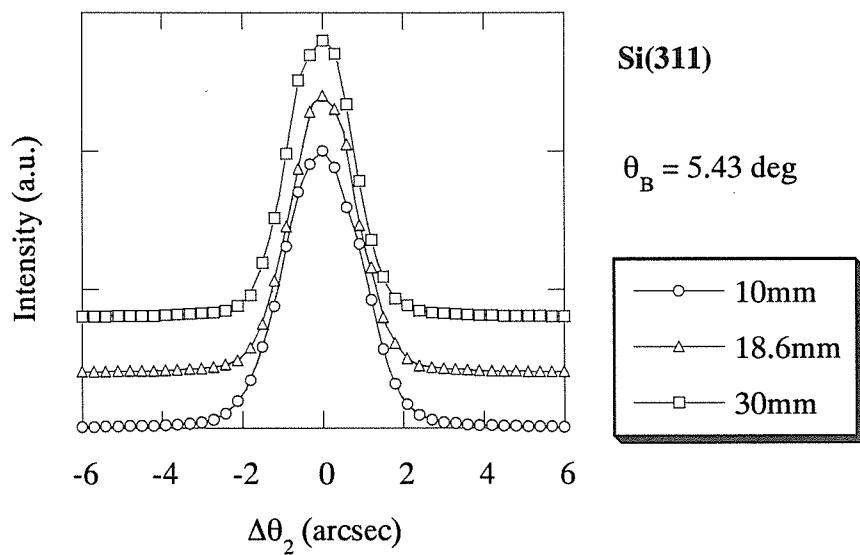


Figure 3-4 Observed rocking curves from Si(311) with an x-ray of 40keV for three gaps of the undulator.

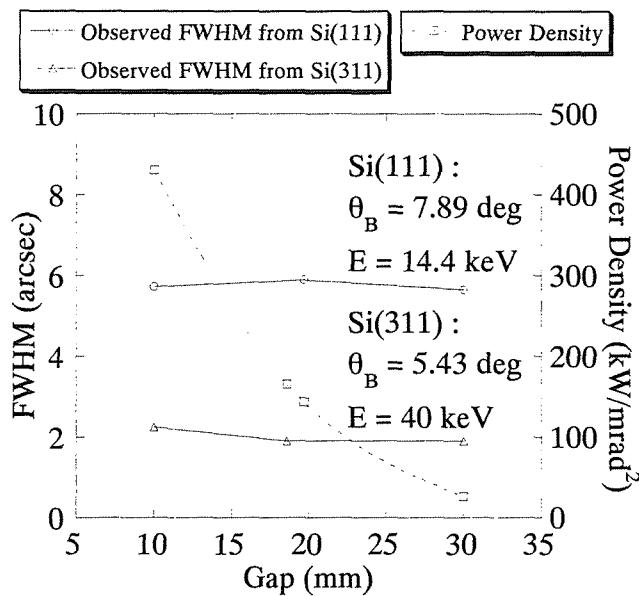


Figure 3-5 Observed FWHM as a function of the gap of the undulator, together with the incident power density to the first crystal. (The incident power density in the first crystal was calculated by employing the computer code SPECTRA [12].)

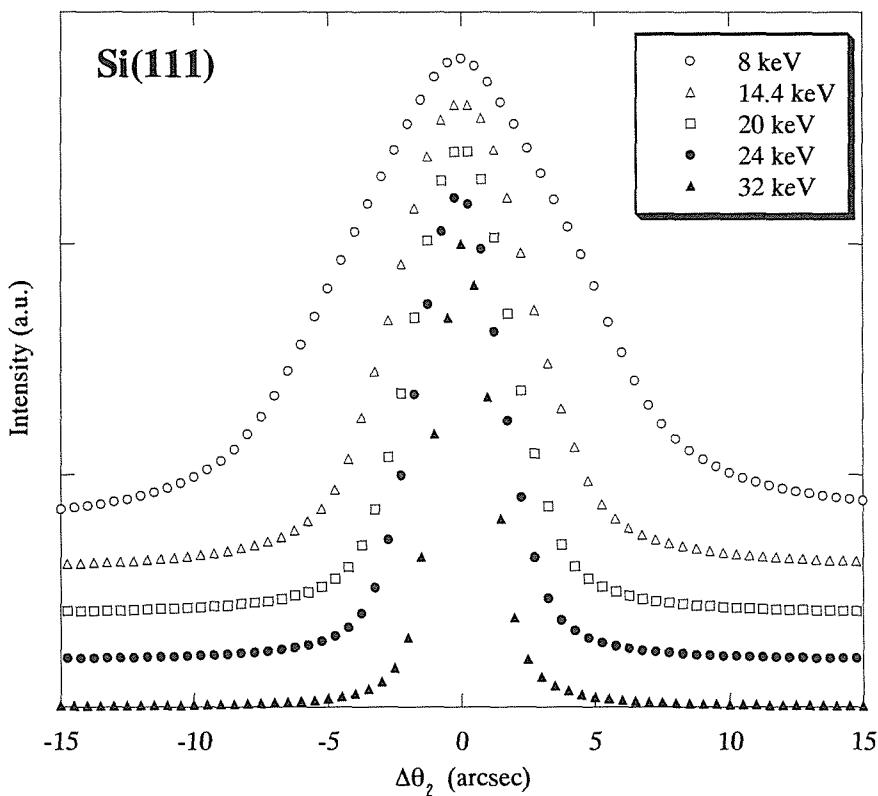


Figure 3-6 Observed rocking curves from Si(111) for various x-ray energies.

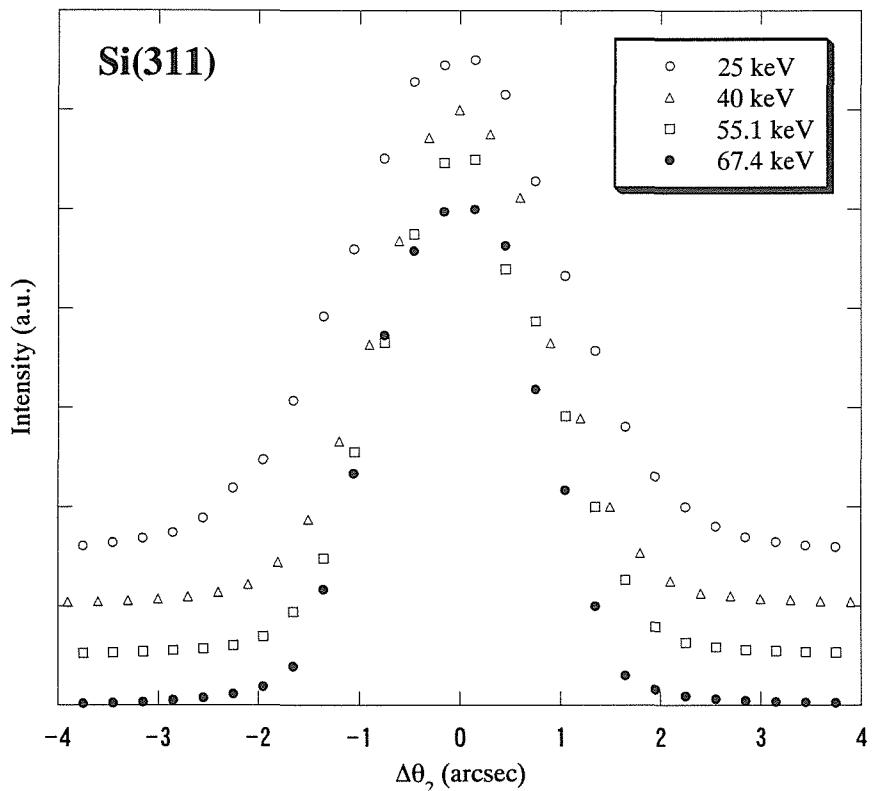


Figure 3-7 Observed rocking curves from Si(311) for various x-ray energies.

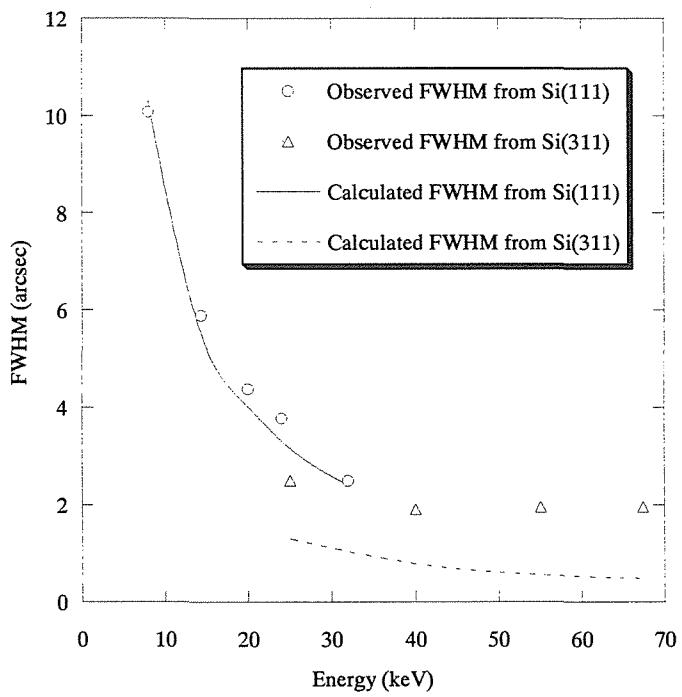


Figure 3-8 Observed FWHM of rocking curve from the dual symmetric silicon geometry, Si(111)/Si(311), as a function of x-ray energy.

Table 3-1 Observed peak PIN current and the photon flux with an x-ray of 1st harmonics 14.4keV at the gap of the undulator = 20.1mm.

Netplane	Bragg Angle (deg)	Observed PIN Current (mA)@storage ring current	PIN Current ^a (mA)	Photon Flux ^a (photons/sec)
Si(111)	7.89	15.6@91.35mA	17.1	3.4E+13
Si(311)	15.24	5.3@93.10mA	5.7	1.1E+13

^aThe PIN current is normalized as storage ring current of 100mA. It was converted into the photon flux by the use of coefficient of 5pA / 10000 cps [11].

Table 3-2 Observed FWHM of rocking curve from Si(111) and Si(311), for three gaps of the undulator.

netplane	Gap (m m)	E (keV)	θ_B (deg.)	Power density ^a (kW /m rad ²)	FWHM (arcsec)
Si(111)	10.0	14.4	7.89	430.4	5.73
	19.7			143.4	5.89
	30.0			26.30	5.73
Si(311)	10.0	40.0	5.43	430.4	2.25
	18.6			165.6	1.90
	30.0			26.30	1.90

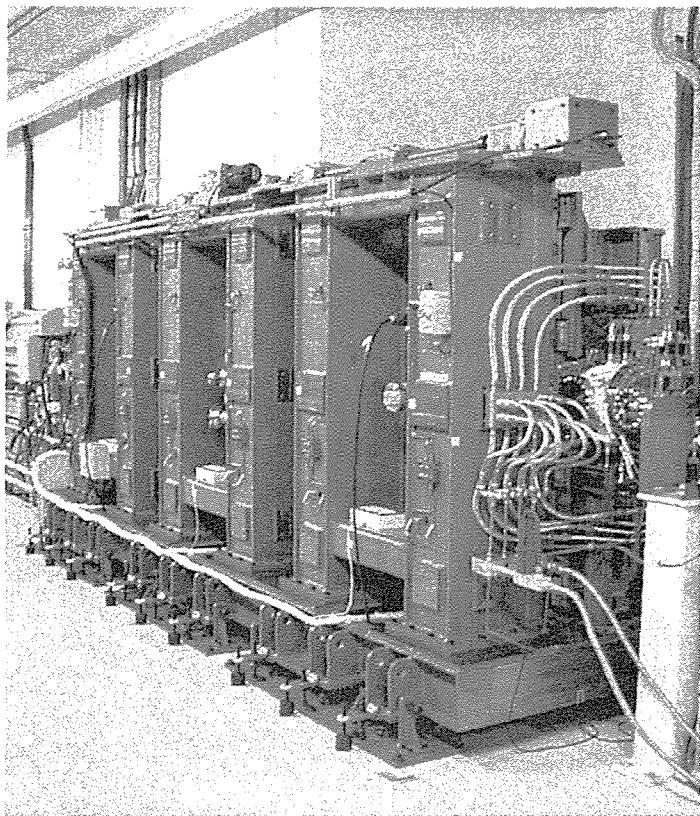
^aThe incident power density in the first crystal was calculated by employing the computer code SPECTRA [12].

Table 3-3 Observed FWHM of rocking curve from Si(111) and Si(311), for various x-ray energies.

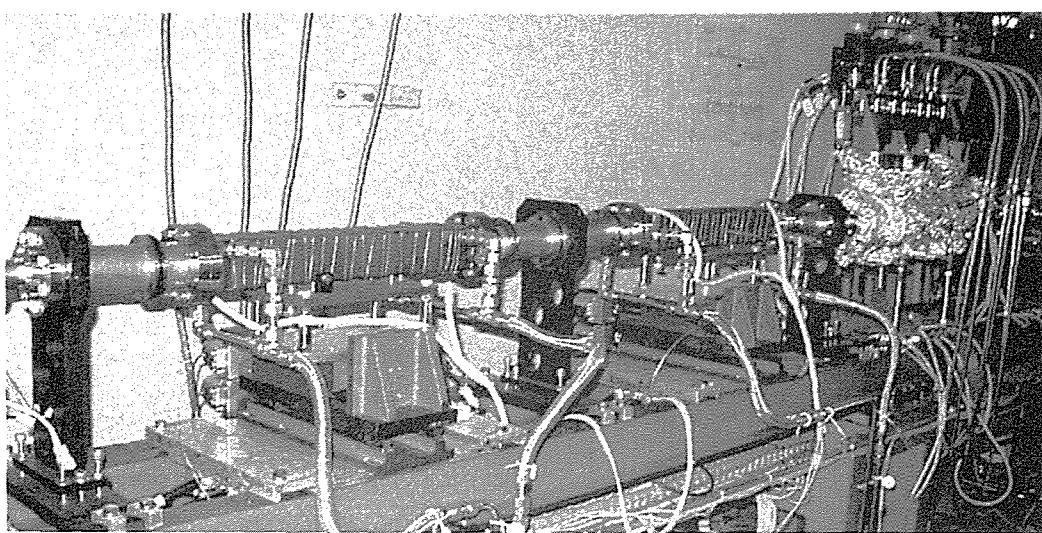
netplane	Gap (mm)	E (keV)	θ_B (deg.)	observed FWHM (arcsec)	calculated FWHM (arcsec)
Si(111)	12.3	8.0	14.31	10.09	10.3
	19.7	14.4	7.89	5.89	5.5
	11.4	20.0	5.67	4.37	4.0
	12.4	24.0	4.73	3.77	3.3
	15.7	32.0	3.54	2.48	2.4
Si(311)	13.5	25.0	8.71	2.49	1.30
	18.6	40.0	5.43	1.90	0.79
	20.0	55.1	3.94	1.95	0.56
	16.3	67.4	3.22	1.96	0.48

Table 3-4 Calculated FWHM of rocking curve from Si(111) and Si(311), for various x-ray energies.

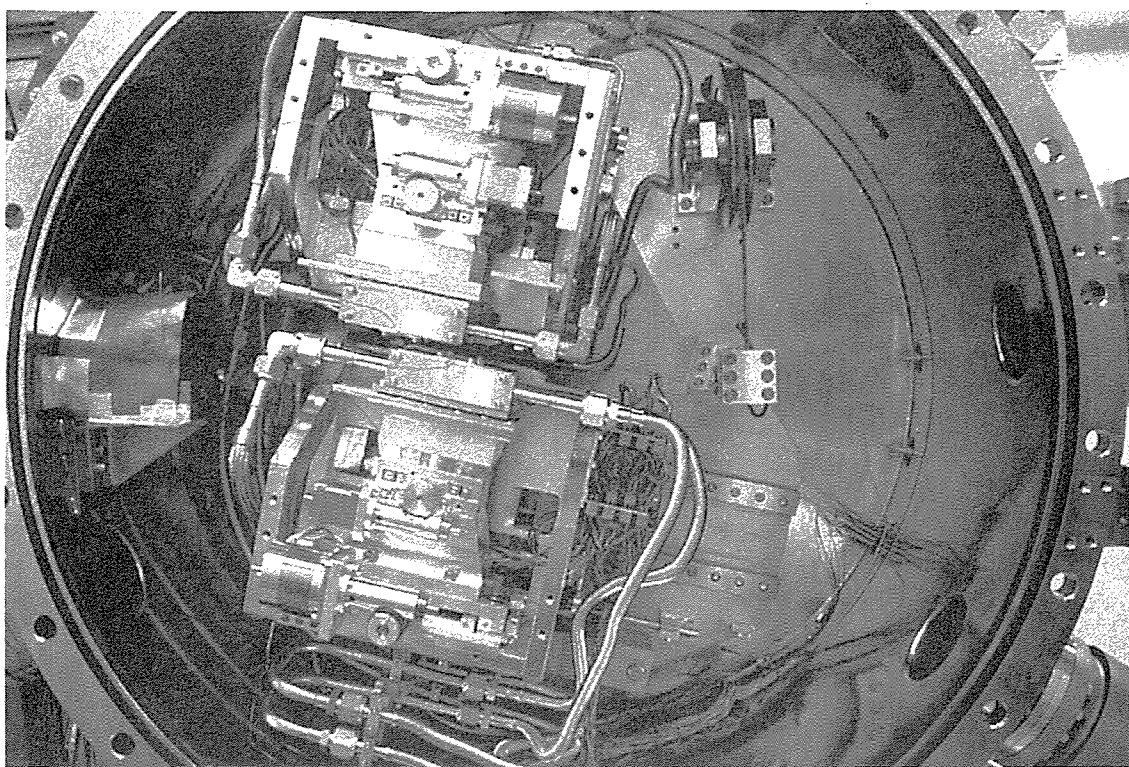
netplane	E (keV)	wave length (Å)	FWHM (arcsec)	convoluted FWHM (arcsec)
Si(111)	8	1.5498	7.3	10.3
	14.4	0.86100	3.9	5.5
	20	0.61992	2.8	4.0
	24	0.51660	2.3	3.3
	32	0.38745	1.7	2.4
Si(311)	25	0.49594	0.92	1.3
	40	0.30996	0.56	0.79
	55.1	0.22502	0.40	0.56
	67.4	0.18395	0.34	0.48



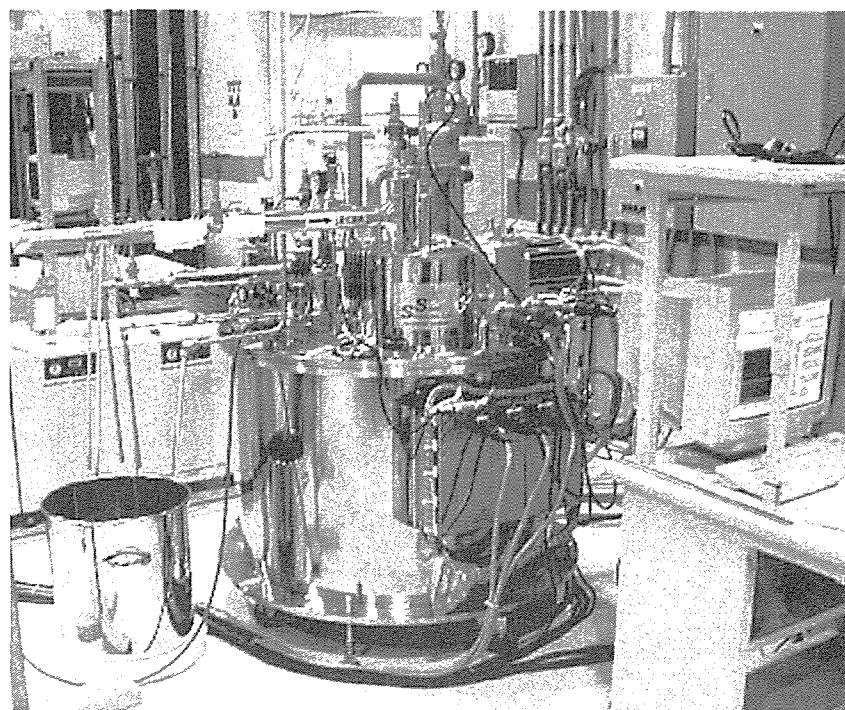
Photograph 3-1 In-vacuum undulator ID11.



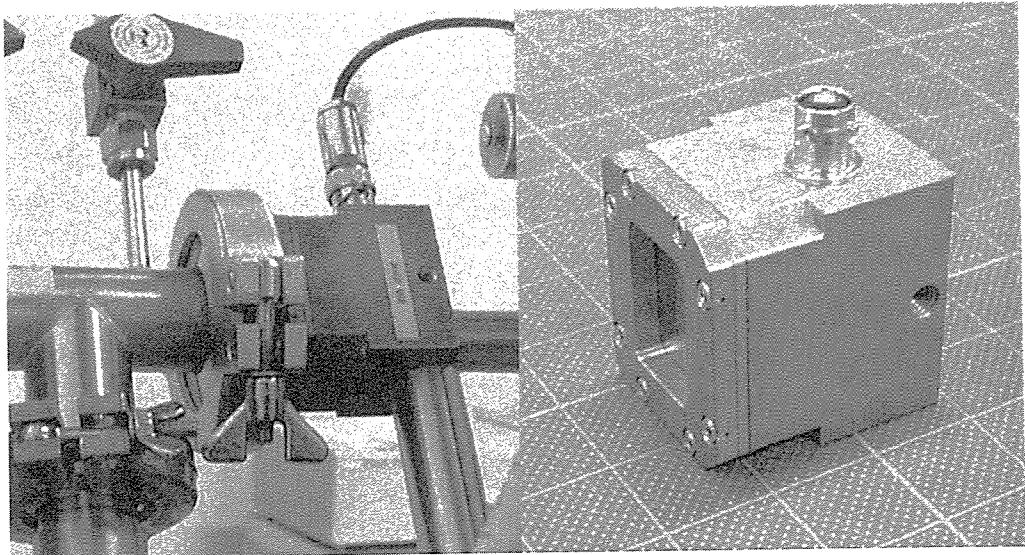
Photograph 3-2 Front end slit and filter.



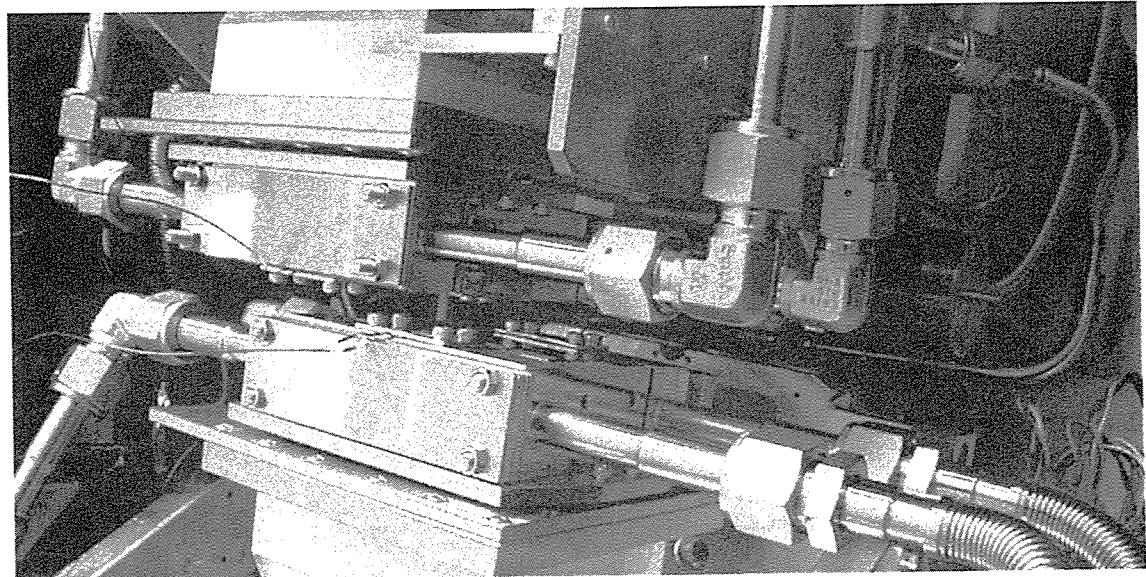
Photograph 3-3 Double-crystal monochromator.



Photograph 3-4 Cryogenic cooling system.



Photograph 3-5 Silicon PIN photodiode detector.



Photograph 3-6 Cryogenically cooled silicon crystals installed on the double-crystal monochromator.

4. おわりに

オフライン実験により、2個の結晶をインジウムシートを介し固定する方法であっても、結晶に歪みは生じなかった。放射光を用いるオンライン実験では、BL11XU の現状の熱負荷による結晶の影響は見られず冷却も良好であることがわかった。よってマルチ結晶切替機構が液体窒素冷却式分光器として利用できることがわかった。

今後、Si(311)結晶で見られた半値幅の増加の原因を追究し、その対策を講じることが望まれる。

謝辞

BL11XU のビームライン技術開発を進めるに際して、支援して頂いた日本原子力研究所関西研究所放射光科学研究センター下村理センター長に深く感謝いたします。

オフライン実験のためX線回折装置の使用を快諾頂いた財団法人高輝度光科学研究センター依田芳卓博士に感謝いたします。

参考文献

- [1] 塩飽秀啓, 片山芳則, 高橋正光, 稲見俊哉 : SPring-8 利用者情報, 6, No.4, 280 (2001).
- [2] Marushita, M., Mitsui, T., Fukuda, T., Takahasi, M., Inami, T., Katayama, Y., Shiwaku, H. and Mizuki, J.: Nucl. Instr. and Meth. A, 467-468, 392 (2001).
- [3] 塩飽秀啓, 三井隆也, 戸澤一清, 桐山幸治, 高橋正光 : 放射光学会 2003 アブストラクト集・別添(2003).
- [4] Shiwaku, H., Mitsui, T., Tozawa, K., Kiriyama, K., Harami, T. and Mochizuki, T.: "Proceedings of 8th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI2003)", in press.
- [5] Tozawa, K., Kiriyama, K., Mitsui, T., Shiwaku, H., and Harami, T.: "Proceedings of 8th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI2003)", in press.
- [6] Tamasaku, K., Yabashi, M., Miwa, D., Mochizuki, T., Ishikawa, T.: Proc. SPIE, 4782, 132 (2002).
- [7] Mochizuki, T., Kohmura, Y., Awaji, A., Suzuki, Y., Baron, A., Tamasaku, K., Yabashi, M., Yamazaki, H. and Ishikawa, T.: Nucl. Instr. and Meth. A, 467-468, 647 (2001).
- [8] Hara, T., Tanaka, T., Tanabe, T., Marechal, X.-M., Okada, S. and Kitamura, H.: J. Synchrotron Rad. 5, 403 (1998).
- [9] Oura, M., Sakurai, Y. and Kitamura, H.: J. Synchrotron Rad. 5, 606 (1998).
- [10] 桐山幸治, 塩飽秀啓, 戸澤一清 : JAERI-Tech 2003-061, "SPring-8 原研アンジュレータービームライン BL11XU の液体窒素循環冷却装置の立ち上げ・調整" (2003).
- [11] 張小威, 杉山弘, 依田芳卓 : 放射光, 14, 4, 292 (2001).
- [12] Kitamura, H., and Tanaka, T.: SPECTRA. Synchrotron Radiation Calculation Program. Ver. 7.0., SPring-8, Japan.

This is a blank page.

国際単位系(SI)と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

量	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd
平面角	ラジアン	rad
立体角	ステラジアン	sr

表3 固有の名称をもつSI組立単位

量	名称	記号	他のSI単位による表現
周波数	ヘルツ	Hz	s ⁻¹
力	ニュートン	N	m·kg/s ²
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m ²
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	J	N·m
工率、放射束	ワット	W	J/s
電気量、電荷	クーロン	C	A·s
電位、電圧、起電力	ボルト	V	W/A
静電容量	ファラード	F	C/V
電気抵抗	オーム	Ω	V/A
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V
磁束	ウェーバ	Wb	V·s
磁束密度	テスラ	T	Wb/m ²
インダクタンス	ヘンリー	H	Wb/A
セルシウス温度	セルシウス度	°C	
光束度	ルーメン	lm	cd·sr
照度	ルクス	lx	lm/m ²
放射能	ベクレル	Bq	s ⁻¹
吸収線量	グレイ	Gy	J/kg
線量当量	シーベルト	Sv	J/kg

表2 SIと併用される単位

名 称	記 号
分、時、日	min, h, d
度、分、秒	°, ', "
リットル	l, L
トン	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表5 SI接頭語

倍数	接頭語	記号
10 ¹⁸	エクサ	E
10 ¹⁵	ペタ	P
10 ¹²	テラ	T
10 ⁹	ギガ	G
10 ⁶	メガ	M
10 ³	キロ	k
10 ²	ヘクト	h
10 ¹	デカ	da
10 ⁻¹	デシ	d
10 ⁻²	センチ	c
10 ⁻³	ミリ	m
10 ⁻⁶	マイクロ	μ
10 ⁻⁹	ナノ	n
10 ⁻¹²	ピコ	p
10 ⁻¹⁵	フェムト	f
10 ⁻¹⁸	アト	a

(注)

- 表1～5は「国際単位系」第5版、国際度量衡局1985年刊行による。ただし、1eVおよび1uの値はCODATAの1986年推奨値によった。
- 表4には海里、メット、アール、ヘクタールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- barは、JISでは流体の圧力を表わす場合に限り表2のカテゴリーに分類されている。
- EC閣僚理事会指令ではbar、barnおよび「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

換 算 表

力	N(=10 ⁵ dyn)	kgf	lbf
1	0.101972	0.224809	
9.80665	1	2.20462	
4.44822	0.453592	1	

$$\text{粘度 } 1 \text{ Pa}\cdot\text{s}(\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2) = 10 \text{ P(ポアズ)} (\text{g}/(\text{cm}\cdot\text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St(ストークス)} (\text{cm}^2/\text{s})$$

圧力	MPa(=10 bar)	kgf/cm ²	atm	mmHg(Torr)	lbf/in ² (psi)
力	0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233
	0.101325	1.03323	1	760	14.6959
	1.33322 × 10 ⁻⁴	1.35951 × 10 ⁻³	1.31579 × 10 ⁻³	1	1.93368 × 10 ⁻²
	6.89476 × 10 ⁻³	7.03070 × 10 ⁻²	6.80460 × 10 ⁻²	51.7149	1

エネルギー・仕事・熱量	J(=10 ⁷ erg)	kgf·m	kW·h	cal(計量法)	Btu	ft · lbf	eV	1 cal = 4.18605 J(計量法)	
								熱化学	15 °C
	1	0.101972	2.77778 × 10 ⁻⁷	0.238889	9.47813 × 10 ⁻⁴	0.737562	6.24150 × 10 ¹⁸	= 4.184 J	= 4.1855 J
	9.80665	1	2.72407 × 10 ⁻⁶	2.34270	9.29487 × 10 ⁻³	7.23301	6.12082 × 10 ¹⁹		= 4.1868 J(国際蒸気表)
	3.6 × 10 ⁶	3.67098 × 10 ⁵	1	8.59999 × 10 ⁵	3412.13	2.65522 × 10 ⁶	2.24694 × 10 ²⁵		
	4.18605	0.426858	1.16279 × 10 ⁻⁶	1	3.96759 × 10 ⁻³	3.08747	2.61272 × 10 ¹⁹	仕事率 1 PS(仏馬力)	
	1055.06	107.586	2.93072 × 10 ⁻⁴	252.042	1	778.172	6.58515 × 10 ²¹	= 75 kgf·m/s	
	1.35582	0.138255	3.76616 × 10 ⁻⁷	0.323890	1.28506 × 10 ⁻³	1	8.46233 × 10 ¹⁸	= 735.499 W	
	1.60218 × 10 ⁻¹⁹	1.63377 × 10 ⁻²⁰	4.45050 × 10 ⁻²⁶	3.82743 × 10 ⁻²⁰	1.51857 × 10 ⁻²²	1.18171 × 10 ⁻¹⁹	1		

放射能	Bq	Ci	吸収線量	Gy	rad
				1	100
	1	2.70270 × 10 ⁻¹¹		0.01	1
	3.7 × 10 ¹⁰	1			

照射線量	C/kg	R	線量当量	Sv	rem
				1	100
	1	3876			
	2.58 × 10 ⁻⁴	1			

(86年12月26日現在)

SPEC-8 BXにおける液体窒素冷却シリコン分光結晶の特性評価

R100
古紙配合率100%
白色度70%再生紙を使用しています。