

目次

第 11 章 結晶光学素子と光学系	417
11.1 モザイク結晶光学素子	417
11.1.1 モザイク結晶の特性	417
11.1.2 ヨハン型とヨハンソン型湾曲結晶	417
11.1.3 トロイダル・グラファイト集光素子	419
11.2 完全結晶光学素子	419
11.2.1 対称反射の利用	419
11.2.2 非対称反射の利用	421
11.2.3 多重回の対称反射の利用 — 裾を引かない角分布のビーム	421
11.2.4 多重回の非対称反射の利用 — 高平行度のビーム（高空間コヒーレントビーム）	422
11.2.5 放射光収束用湾曲結晶	423
11.3 多重完全結晶光学系	423
11.3.1 (+, -) 平行配置の光学系	425
11.3.2 (+, +) 配置の光学系	425
11.4 デュモン図による光学系の特性評価	426
11.4.1 (+, -) 配置の光学系	427
11.4.2 (+, +) 配置の光学系	428
11.4.3 非対称反射を含む 2 結晶光学系	429
11.5 高調波除去の光学系	429
11.6 X線単色化の光学系	430
11.6.1 極端な非対称反射の利用	431
11.6.2 擬似垂直入射の利用	433
11.6.3 核共鳴散乱の利用	433
11.7 多重結晶回折計・分光計の特性	433
11.8 X線光学系の精密回転・駆動機構	435
参考文献	439
索引	441

第 11 章

結晶光学素子と光学系

実験に適したエネルギー幅をもつ X 線ビームを得たり，コリメーション（平行化）や発散・収束（集束）などのように X 線ビームの角度広がりを変えたりするためには，第 10 章で述べたミラーや多層膜などの X 線光学素子とともに，実験条件に応じて結晶（モザイク結晶あるいは完全結晶）からなる結晶光学素子がよく用いられる．この X 線の単色化・分光と発散角の縮小・拡大は，ブラッグ条件を通じて密接に関係している．つまり，これらの素子はモノクロメーターとしての機能をもつとともに，コリメーターとしての役目ももつ．ふつう単色性を高めると，平行性も高まる．完全結晶の回折幅は数秒～10 数秒ときわめて狭いので，完全結晶の X 線分光素子を複数個配置すると，X 線ビームの単色性と平行性を格段によくすることができる．なお，偏光素子については第 16 章で述べる．

11.1 モザイク結晶光学素子

11.1.1 モザイク結晶の特性

分光結晶としての特性はその回折強度曲線（ロッキングカーブ）のプロファイルから得られる．すなわち，その積分値である積分反射強度，ピーク強度の入射強度に対する比であるピーク反射率および半値幅によって表わされる．1 回散乱の運動学的回折理論が成り立つモザイク結晶では，積分反射強度は $|F_g|^2$ に比例する．代表的な分光用のモザイク結晶はパイログラファイト（熱分解グラファイト，pyrolytic graphite, PG）である．炭化水素ガスの熱分解により基板上に気相成長されるが，結晶化するのに圧力をかけて高温でアニールする．また LiF 結晶も用いられる．その積分反射強度をさらに大きくするために，結晶表面をエメリー粉などで磨いて，理想的なモザイク結晶に近づける場合もある．

モザイク片どうしの格子面の傾き角の分布の広がりを表わす**モザイク度**（mosaic spread）はよいもので 20 分程度である．回折強度曲線のプロファイルの測定例を図 11.1 に示す．モザイク結晶は一般に反射率が低く（数 10 % 以下），半値幅が広い（数 10 分以上）．分光結晶として積分反射強度が大きいことを主眼とすれば，モザイク結晶が有利であり，X 線回折装置の分光素子として広く使われている．モザイク結晶とスリットとの組み合わせで得られる X 線のエネルギー幅は $\Delta E/E \approx 10^{-3}$ 程度である．

PET, EDDT, ADP, TAP, RAP などは格子定数が大きく，軽元素の蛍光 X 線分析用の分光結晶として用いられるが，これらの結晶の質はモザイク結晶と完全結晶の間にある．ものによっては完全結晶に近いものもある．これらは湿気に弱く潮解性がある．

11.1.2 ヨハン型とヨハンソン型湾曲結晶

上述の平板結晶による分光，コリメーションのほかに，湾曲させた結晶を用いて X 線の収束効率の向上が図られる．ヨハン型（Johann type）湾曲結晶は図 11.2 (a) に示すように，表面が回折面に平行な板状

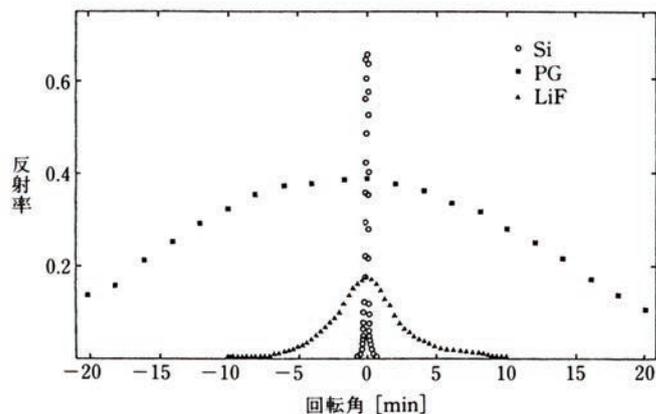


図 11.1 各種の分光結晶のロックングカーブ¹⁾ 2 結晶法 (+, -) 配置の Si(111)-Si(111), Si(111)-PG(0002) と LiF(200)-LiF(200) で CuK α X線を用いて測定された。

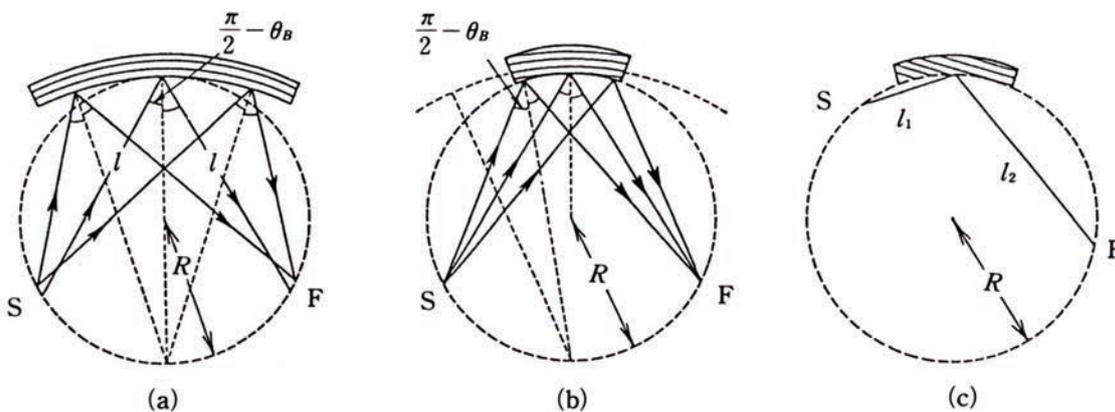


図 11.2 湾曲結晶 (S: X線源, F: 焦点) (a) ヨハン型 (b) ヨハンソン型 (対称反射) (c) 非対称ヨハンソン型

結晶を曲率半径 $2R$ の円柱状に曲げ、半径 R のローランド円に接する配置をとる。ここでローランド円 (Rowland circle) は X線源、試料中心と焦点の 3 点が通る円である。円周上の光源から出た X 線のうち、面間隔 d の格子面で回折条件を満たした X 線が円周上の対称な位置にある焦点に収束する。しかし完全には 1 点に収束せず、非点収差がある。光源と結晶の中心の距離を l とすれば、つぎの関係がある。

$$l = 2R \cos\left(\frac{\pi}{2} - \theta_B\right) = \frac{R\lambda}{d} \quad (11.1)$$

(11.1)

ヨハンソン型 (Johansson type) 湾曲結晶は図 11.2 (b) のように結晶板の表面を半径 $2R$ の円柱曲面に曲げたのち、さらに半径 R で削って、半径 R のローランド円周上に置く。この場合は点光源から出た X 線は点状焦点に収束する。やはり (11.1) の関係が成り立つ。

入射線と反射線の光路長を変えたい場合には、図 11.2 (c) のように非対称反射にする。回折面が結晶表面に対して角 α だけ傾いた結晶板をヨハン型あるいはヨハンソン型に用いる。光源と結晶中心の距離 l_1 と、結晶中心と焦点の距離 l_2 はつぎのようになる。

$$l_1 = 2R \sin(\theta_B - \alpha) \quad , \quad l_2 = 2R \sin(\theta_B + \alpha) \quad (11.2)$$

これらの 1 次元的な湾曲では点状光源から出た X 線は焦点で散乱面に垂直な線状になる。焦点を点状にするにはもう 1 つの湾曲結晶や全反射鏡と組み合わせる。また 1 つの結晶を縦と横方向に湾曲させる 2 重

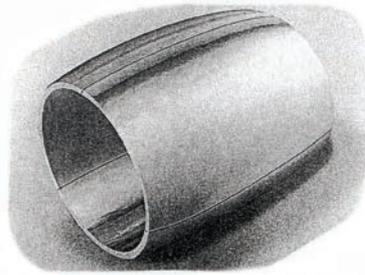


図 11.3 CuK α 線のトロイダル・グラファイト集光素子²⁾

湾曲結晶も用いられる。

結晶板には LiF, PG などのモザイク結晶が用いられるが, 強度を多少犠牲にしてもエネルギー分解能を高めるには, 完全性の高い水晶, Ge, InSb, Si などが用いられる。湾曲させるには弾性変形あるいは塑性変形が利用される。

11.1.3 トロイダル・グラファイト集光素子

湾曲した PG は望む形状の鋳型に入れてプレスして作られるが, さらに高品質のものが, つぎのようにして得られる。高分子フィルムを熱分解させ, 加圧, 高温処理をすると, 配向性の高いグラファイトが得られる。高分子ポリイミドフィルムは加熱すると N や O が放出され, グラファイト結晶が生成する。この過程で, プレスにより加圧しながら成形し, 熱処理する。図 11.3 の集光素子はトロイダル形状を 3 等分して製作して組み合わせたもので, X 線管からの大きい立体角で放射される X 線が回折, 集光される。この素子の中央切断面での円形の半径は 30 mm で, 発光点から集光点までの距離は 257 mm である。

11.2 完全結晶光学素子

多重散乱を考慮した動力的回折理論が成り立つ完全結晶では, 積分反射強度は $|F_g|$ に比例する。代表的な分光用の完全結晶は Si で, 無転位, 高純度の大きな結晶ブロックが入手できる。図 11.1 に示すように反射率は 100 % に近く, 反射幅は数秒 ~ 10 数秒で狭いので, 放射光 X 線のように指向性の高いビームを複数個の結晶からなる光学系に通して利用する場合に適している。完全結晶の反射率や反射幅 (X 線の角度広がり) に相当する) などは, モザイク結晶の場合とちがって, 正確に計算でき, 光学系の精密な設計ができる。分光用の完全結晶としては Si のほかに Ge, InSb, 水晶, ダイヤモンド, サファイアなどがある。軟 X 線用には, ベリル (緑柱石), 水晶, InSb, YB₆₆ などがある。

11.2.1 対称反射の利用

ブラッグケースの対称反射 (図 11.4(a)) では, 入射線と回折線が回折面となす角をそれぞれ θ_0 と θ_g とすると, (5.82) の関係は入射側の $\theta_0 - \theta_B$ とともに出射側の $\theta_g - \theta_B$ に対しても成り立つ (吸収を無視して $\chi_g \chi_{\bar{g}} = |\chi_g|^2$, また $P = 1$ としている)。すなわち

$$\theta_0 - \theta_B = \frac{\omega_s}{2} W + \bar{\theta} \quad , \quad \theta_g - \theta_B = \frac{\omega_s}{2} W + \bar{\theta} \quad (11.3)$$

ここで

$$\omega_s = \frac{2|P|\chi_g}{\sin 2\theta_B} \quad , \quad \bar{\theta} = \frac{|\chi_0|}{\sin 2\theta_B} \quad (11.4)$$

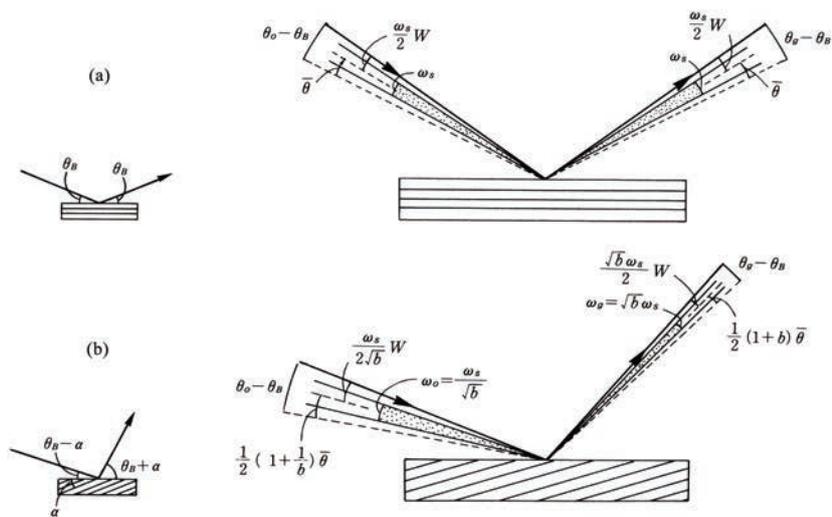


図 11.4 ブラッグケースの対称反射 (a) と非対称反射 (b) における X 線ビームの角度に関する幾何学的関係 点状の角度領域が全反射に関わっている。

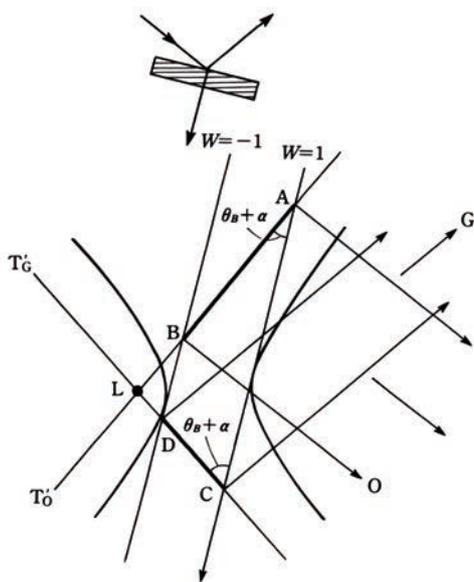


図 11.5 ブラッグケースの非対称反射の分散面

全反射の角度幅 ω_s は入射側と出射側で等しく、数秒～10 数秒である。(11.3) の関係は図 11.4(a) に示されている。

角度幅 ω_s に対応するエネルギー幅 ΔE は

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\omega_s}{\tan \theta_B} = \frac{4}{\pi} \frac{d^2}{v_c} r_e |F_g| \quad (11.5)$$

となる。スリットと組み合わせて用いると、スリットによる角度幅が効いて $\Delta E/E \sim 10^{-4}$ になる (図 11.15 参照)。

11.2.2 非対称反射の利用

ブラッグケースの非対称反射では、反射の角度幅を対称反射の場合よりも1桁ぐらい狭くできる。図11.4(b)のように回折面が結晶表面と角 α をなすときの**非対称因子** (asymmetry factor) は

$$b = \frac{\sin(\theta_B - \alpha)}{\sin(\theta_B + \alpha)} \quad (11.6)$$

である。(5.59)の b の定義によるとブラッグケースでは $b < 0$ であるが、ここではマイナスの符号を省いている。対称反射のときは $b = 1$ である。この非対称反射に対応する逆格子空間内の分散面を図11.5に示す(図5.11参照)。全反射が起きるのは、境界条件により結晶表面の垂線が双曲線の各ブランチに接する $W = 1$ と $W = -1$ の間にあるときである。すなわち、真空中のX線の波数 K を半径とし、逆格子点 O と G を中心とする分散球をそれぞれ $T_{O'}$ と $T_{G'}$ とすると、入射波の波数ベクトルの始点が $T_{O'}$ 上の \overline{AB} にあるとき、回折波の波数ベクトルの始点は $T_{G'}$ 上の \overline{CD} にくる。全反射に関わる入射線と回折線の角度幅を ω_0 と ω_g とすれば、 $\omega_0 = \overline{AB}/K$ 、 $\omega_g = \overline{CD}/K$ であるから、図11.5から明らかのようにつぎの関係がある。

$$\frac{\omega_g}{\omega_0} = \frac{\overline{CD}}{\overline{AB}} = \frac{\sin(\theta_B - \alpha)}{\sin(\theta_B + \alpha)} = b \quad (11.7)$$

非対称反射の場合、(11.3)に対応する関係は、

$$\theta_0 - \theta_B = \frac{\omega_s}{2\sqrt{b}}W + \frac{1}{2}\left(1 + \frac{1}{b}\right)\bar{\theta}, \quad \theta_g - \theta_B = \frac{\sqrt{b}\omega_s}{2}W + \frac{1}{2}(1+b)\bar{\theta} \quad (11.8)$$

のようになる。これは入射側については(5.61)と(5.63)から得られ、出射側については入射側の式で b を $1/b$ に置き換えればよい。(11.8)から

$$\omega_0 = \frac{\omega_s}{\sqrt{b}}, \quad \omega_g = \sqrt{b}\omega_s \quad (11.9)$$

したがって、(11.7)と同じく

$$\omega_g = b\omega_0 \quad (11.10)$$

が得られる。(11.8)の関係は図11.4(b)に示されている。したがって、非対称因子 b を適当に選ぶことにより全反射の角度幅を縮小あるいは拡大することができる³⁾。散乱面内での空間的な広がりも変わり、入射線と回折線の横幅を l_0 と l_g とすれば、

$$l_g = \frac{l_0}{b} \quad (11.11)$$

となる(図11.6)。 $b < 1$ のとき、 $\omega_g < \omega_s < \omega_0$ 、 $l_g > l_0$ である。

11.2.3 多重回の対称反射の利用 — 裾を引かない角分布のビーム

図11.7のように、平行に配置された2枚の結晶板の間で、表面に平行な格子面で対称反射を数回くり返して行なわせる。1回反射のときの回折強度の角分布を R とすれば、 n 回の反射で R^n となる。 $|W| < 1$ の領域では回折強度は少し減るだけで、半値幅も1回反射のときの ω_s とほとんど同じである。しかし $|W| > 1$ の領域で回折強度はゼロに近くなり、裾を引かない(tailless)角分布のX線束が得られる。実際には結晶ブロックに溝を切り(チャンネルカット)、その平行な両側の壁を反射に用いる。なお2回反射は回折線を入射線と同じ方向に向かせるのにも利用される。

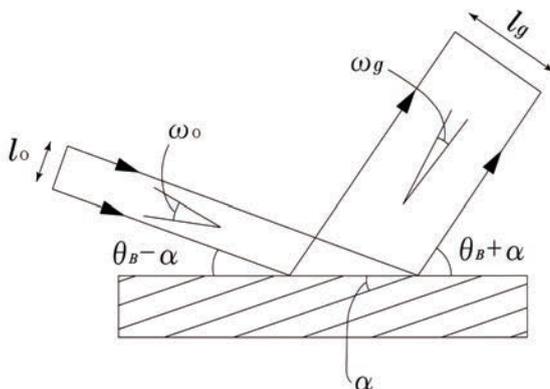


図 11.6 ブラッグケースの非対称反射の働き 反射の前後においてX線ビームの角度広がりや空間的な広がりが変化する. この図の場合, $b < 1$ である.

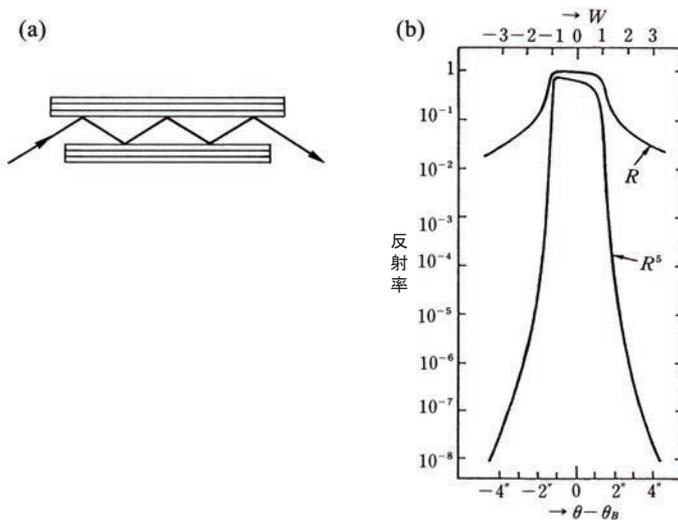


図 11.7 多重回・対称反射の (a) 5回反射と (b) 回折強度曲線の裾の除去⁴⁾. 1回反射の回折強度曲線 R と5回反射のそれ R^5 を比較している (CuK α 線の Si 220 反射).

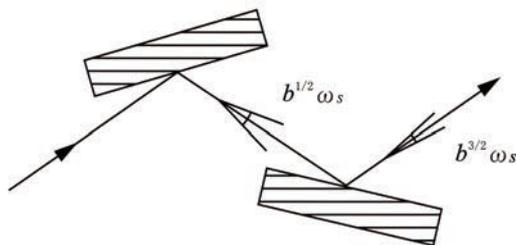


図 11.8 多重回・非対称反射 (2回反射) 繰り返しの非対称反射により角度幅が一層縮小する.

11.2.4 多重回の非対称反射の利用 — 高平行度のビーム (高空間コヒーレントビーム)

11.2.3 と同様に互いに平行な格子面で反射をくり返させるが, 各反射を非対称反射にする (図 11.8). 各結晶板での非対称因子を b_1, b_2, b_3 などとすると, 第 1, 第 2, 第 3 結晶からの回折線の角度幅は, (11.9) からそれぞれ $\sqrt{b_1} \omega_s, \sqrt{b_1} b_2 \omega_s, \sqrt{b_1} b_2 b_3 \omega_s$ となる. 視斜角の小さな非対称反射 ($b_1, b_2, b_3 < 1$) をく

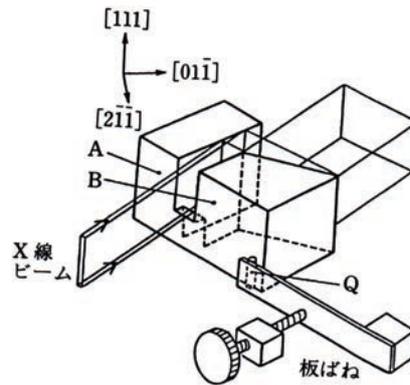


図 11.9 2回の非対称反射が逐次的にできるように結晶ブロックから一体で切り出された光学系 第1結晶 A に対して点 Q を押すことにより弾性変形で第2結晶を微小回転する。(CuK α 線の Si422 反射, $b = 0.1$)⁷⁾

り返すと、角度幅は十分に小さくなる^{5, 6)}。このようにして高平行度の擬似平面波が得られる。各結晶板が同じ非対称因子 b をもつとき、順に $b^{1/2}\omega_s$, $b^{3/2}\omega_s$, $b^{5/2}\omega_s$ となる。例えば CuK α 線の Si 422 反射 ($\theta_B = 44.06^\circ$) では $\omega_s = 2.96''$ であるが、 $b = 0.1$ ($\alpha = 38^\circ$) の非対称反射が2回で $0.1''$ 、3回で $0.01''$ (5×10^{-8} rad) になる(東京から約 100 km の距離にある富士山に 5 mm の高さの棒を立てたときに、それを見込む角が $0.01''$ である)。

非対称反射では、図 11.8 に示されているように屈折効果によって全反射領域の中心 ($W = 0$) のブラッグ角からのずれが入射側と出射側で異なるため、2回反射をモノリシックに(一体で)作成した場合には、各結晶ブロックをつないでいる溝の一部を薄くし、弾性変形によりわずかに回転させて、回折条件をマッチングさせる必要がある(図 11.9)⁷⁾。

11.2.5 放射光収束用湾曲結晶

放射光 X 線の水平方向の角度広がりにはヨハン型湾曲結晶を用いて収束させることができる。この場合、光源から結晶までの距離が数 10 m あることから、焦点円の半径 R も数 10 m になり、結晶板は数分ぐらい曲げればよいことになる。結晶としては完全に近い Si, Ge, 水晶などが用いられる。その曲げ機構の例を図 11.10 に示す。結晶板を4本の円柱ではさむ方式では(図 11.10(a)), 外側の2本の円柱に力を加えて結晶板を弾性変形させ、曲率半径を焦点円の半径 R に近づける。なお内側の2本の円柱の中央部は X 線の光路の邪魔にならないように空けてある。また細長い正3角形状の結晶板を用いる方式は(図 11.10(b)), 3角形の底辺を固定し、3角形の先端に力を加えて長手方向に沿って一様な曲率で曲げる。

2結晶法の配置で放射光の水平方向の角度広がりを収束させるには図 11.11 のようなサジタル集光 (sagittal focussing) が行なわれる⁸⁾。広い発散角の場合は結晶を比較的大きく湾曲させる必要があるので、3角形結晶方式で回折面における格子歪みを少なくするために結晶の裏面に平行な溝が多数入れている。

11.3 多重完全結晶光学系

2つの結晶で順に反射させる2結晶光学系には、2回反射でビームが逆向きに折れ曲がる

(+, -) 配置(図 11.12(a))と同じ向きに折れ曲がる(+, +) 配置(図 11.13(a))がある。なお、(+ m , - n) のように指数 m , n を入れることもある。

(+, -) 配置は(+, +) 配置に比べて波長の分散が比較的少ない。特に図 11.12(b) のように両結晶の種類と格子面が同じ場合は(+, -) 平行配置とよばれ、図 11.14(a) に示すように各波長の X 線が一緒に回折す

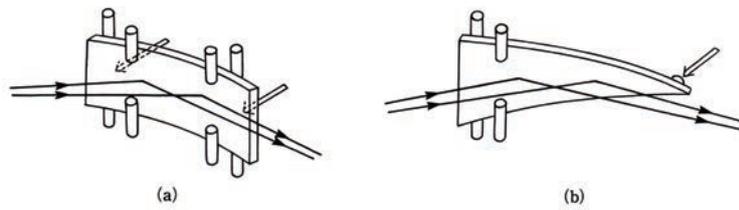


図 11.10 放射光用湾曲結晶 (a) 4円柱方式 (b) 3角形結晶方式

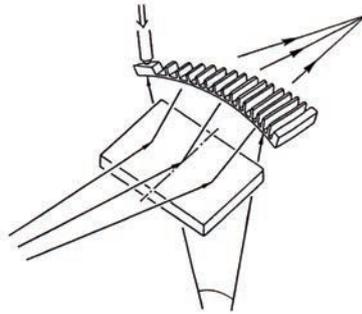


図 11.11 放射光の水平方向のサジタル集光⁸⁾

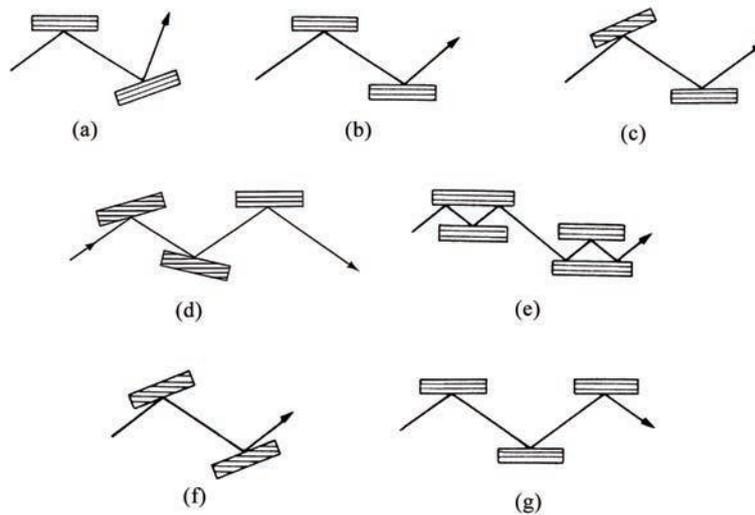


図 11.12 (+, -) 配置の完全結晶光学系 (a)(+, -) 非平行配置 (b)(+, -) 平行配置 (c) 第 1 結晶に非対称反射を用いた (+, -) 平行配置 (d) 第 1 結晶, 第 2 結晶に非対称反射を用いた (+, -, +) 平行配置 (e) チャンネルカット結晶を用いた (+, -) 平行配置 (f) 高角度分解能をもつ (+, -) 平行配置 (g)(+, -, +) 平行配置

るので、非分散になる。(+, +) 配置では図 11.14(b) から明らかなように波長の分散が大きいので、この配置から得られる X 線は、高い平行性ととも高い単色性をもつ。

さらに、3つ以上の結晶が並んだ場合の配置の符号のつけ方は、前の結晶の符号に、ビームが同じ向きに折れ曲がれば +, 逆向きに折れ曲がれば - を乗ずるとする。

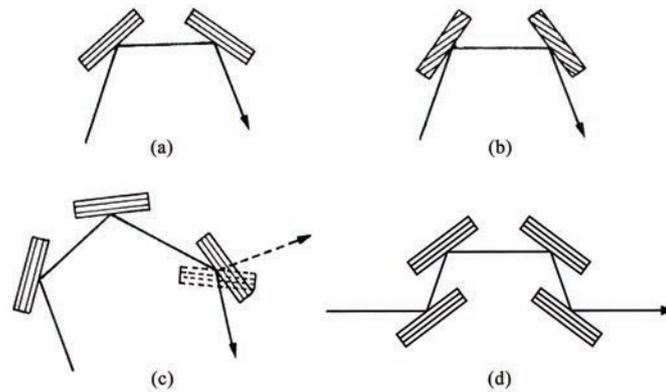


図 11.13 (+, +) 配置の完全結晶光学系 (a)(+, +) 配置 (b) 非対称反射を用いた (+, +) 配置 (ごく狭いエネルギー幅をもつ X 線ビームが得られる) (c)(+, +, +) 配置 (第 3 結晶は実線) と (+, +, -) 配置 (第 3 結晶は破線) (d) 4 結晶 (+, -, -, +) 配置

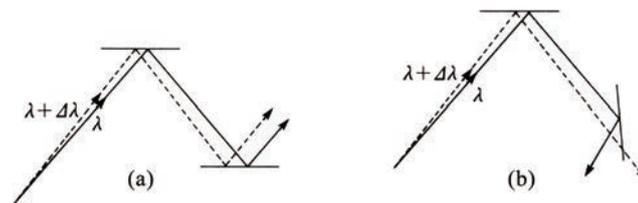


図 11.14 2 結晶光学系における波長の分散 (a)(+, -) 平行配置 (b)(+, +) 配置

11.3.1 (+, -) 平行配置の光学系

非分散の (+, -) 平行配置は回折強度曲線を測定するのに適している。第 2 結晶の固有な (intrinsic) 回折強度曲線を得ようとするときは、第 1 結晶に非対称反射 ($b < 1$) を用いて、第 1 結晶からの X 線の発散角を狭くする (図 11.12(c))。この場合、第 2 結晶の固有なロッキングカーブの精密測定ができる。また、X 線ビームの断面積が広がるので、第 2 結晶のトポグラフィの撮影などに都合がよく、平面波 X 線トポグラフィのひとつの配置である。さらに、非対称反射を 2 回くり返して平行度を一層高める場合もある (図 11.12(d))。極小角散乱には、 $10^{-6} \sim 10^{-7}$ rad の高い角度分解能をもつ図 11.12(b) の (+, -) 平行配置が利用される。その際、2 つの結晶の間の光路に試料が置かれる。チャンネルカットの結晶を用いれば裾を引かない (tailless) 角分布が得られるので、極小角散乱の角分布の細かい構造が分解できる (図 11.12(e))。非対称反射の組みによって一層分解能を上げることもある (図 11.12(f))。他方、試料結晶の逆格子点近傍での散乱は (+, -, +) 平行配置 (図 11.12(g)) で試料を第 2 結晶として解析される。逆空間マップ測定のひとつの配置である。

11.3.2 (+, +) 配置の光学系

(+, +) 配置 (図 11.13(a)) から得られる X 線のエネルギー幅は、対称反射の場合、第 1 結晶と第 2 結晶の反射幅を ω_{s1} , ω_{s2} とすれば、後述のデュモン図を用いた解析から

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\omega_{s1} + \omega_{s2}}{\tan \theta_{B1} + \tan \theta_{B2}} \quad (11.12)$$

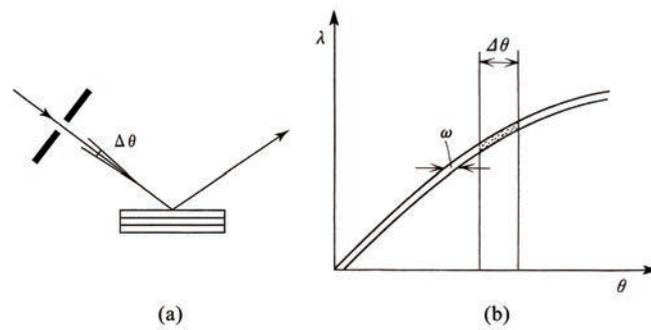


図 11.15 結晶とスリットの組み合わせ (a) のデュモン図による表示 (b) 点状領域がビーム特性の窓を示す (反射幅などを誇張して描いてある)。

で与えられる。 $\Delta E/E = 10^{-5} \sim 10^{-6}$ にすることができ、特性線の自然幅の 1/10 以下のエネルギー幅になる。第 2 結晶を回転すると、入射線のスペクトル分析ができる。精密な蛍光 X 線分析では、このような方法でスペクトルの化学シフトが測られる。

図 11.13(b) のように (+, +) 配置に非対称反射を用いると、得られるビームの特性を変えることができる。第 1 結晶と第 2 結晶の非対称因子をそれぞれ b_1, b_2 とすると、エネルギー幅はデュモン図から

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\omega_{s1}\sqrt{b_1} + \omega_{s2}/\sqrt{b_2}}{\tan \theta_{B1} + \tan \theta_{B2}} \quad (11.13)$$

で与えられる。 $b_1 \ll 1, b_2 \gg 1$ とすれば、 $\Delta E/E = 10^{-6} \sim 10^{-7}$ の高分解能が得られる。2 結晶とも同じ結晶の同じ格子面を使い、 $b_1 = b, b_2 = 1/b$ とすれば

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\omega_s \sqrt{b}}{\tan \theta_B} \quad (11.14)$$

となる。

((+, +, ±) 配置の 3 結晶回折計・分光計)

3 結晶回折計・分光計では、(+, +) 配置の第 1, 第 2 結晶が単色性・平行性ともに高いビームが得られるモノクロメーター・コリメーター (モノクロ・コリメーター) として働き、図 11.13(c) のように、この 2 結晶配置のあとに第 3 結晶の試料結晶が (+, +, +) 配置あるいは (+, +, -) 配置をとる。

この配置の 3 結晶法は、試料へ単色性と平行性の高いビームを入射させる必要のある回折・散乱の実験に使われる。

((+, -, -, +) 配置のモノクロメーター・コリメーター)

図 11.13(d) のように (+, +) 配置の 2 結晶の前後に平行配置の形で結晶をつけ加えて (+, -, -, +) 配置とすれば、モノクロメーター・コリメーターの入射と出射の方向が同じになり、使い勝手がよい。実際には 2 つのチャンネルカットの結晶を (+, +) 配置にして、Ge(220), (440) などが用いられている。このあとに置いた結晶のロックングカーブが測定される。例えばエピタキシャル層と基板からのロックングカーブのピーク角度のずれから、それらの格子定数の差が求められている。

11.4 デュモン図による光学系の特性評価

X 線光学系における X 線ビームの波長幅と発散角を調べるのにデュモン図 (DuMond diagram) が用いられる⁹⁾。図 11.15 のように、縦軸に波長 λ を、横軸に角度 θ をとり、結晶による回折条件 $\lambda = 2d \sin \theta$

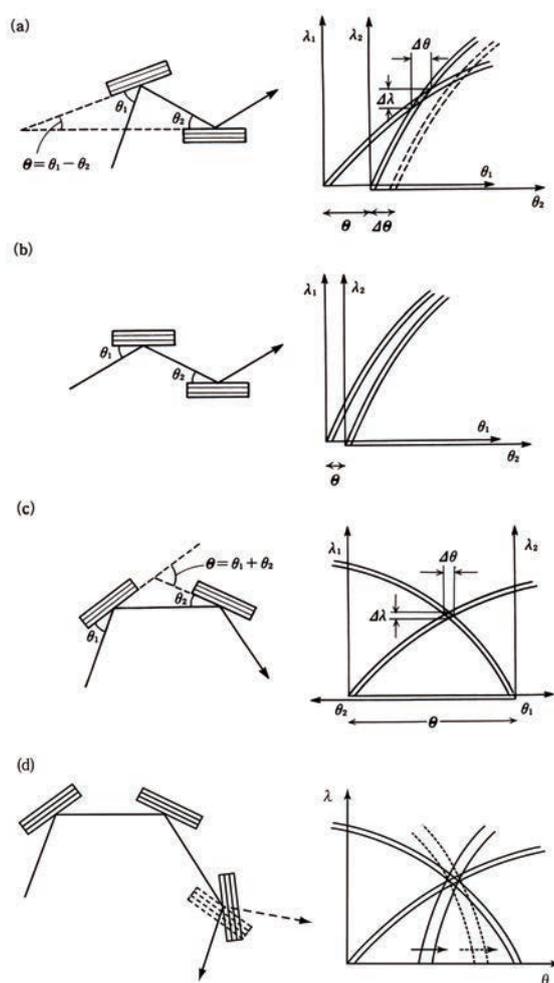


図 11.16 2 結晶光学系のデュモン図による表示 点状領域がビーム特性窓を示す（反射幅などを誇張して描いてある）。（a）（+，-）非平行配置（点線は第 2 結晶が $\Delta\theta$ だけ回転したときに対応）（b）（+，-）平行配置（c）（+，+）配置（d）（+，+，+）配置（第 3 結晶は実線）と（+，+，-）配置（第 3 結晶は破線） 第 3 結晶を回転する。

を描く。この正弦曲線には結晶に固有な反射幅 ω （完全結晶の場合は全反射幅，モザイク結晶の場合はモザイク度による角度広がり）だけ横幅をもたせる。いま結晶にスリットを通して発散角 $\Delta\theta$ の連続 X 線が入射したとする。デュモン図上ではスリットの効果は幅 $\Delta\theta$ をもつ縦のバンドで表わされる。両者の重なった部分が結晶からの回折線の角度-波長分布になる。その部分がビームの特性を示すので、**ビーム特性窓**とよぶことにする。特に、単色化に関心がある場合には、スペクトル窓 (spectral window) ともいう。

11.4.1 (+, -) 配置の光学系

第 1 結晶と第 2 結晶への X 線の視斜角を θ_1 と θ_2 ，2 つの結晶の回折面のなす角を Θ として， Θ を一定に保てば，つぎの関係が成り立つ。

$$|\theta_1 - \theta_2| = \Theta, \quad d\theta_1 = d\theta_2 \quad (11.15)$$

ここで， $d\theta_1$ と $d\theta_2$ は，それぞれ視斜角の変化である。デュモン図は 図 11.16(a) のように，まず第 1 結晶に関する曲線を描く。第 2 結晶に関する曲線は，横軸 θ_2 の原点を横軸 θ_1 の原点から Θ だけずらして描く（いまの場合 $\theta_1 > \theta_2$ としているので，右へずらす）。着目する部分を拡大すると， $\Delta\lambda/\Delta\theta = \lambda/\tan\theta$ の勾配をもつ直線状のバンドになる。両曲線の重なった部分であるビーム特性窓の縦幅と横幅が，それぞれこ

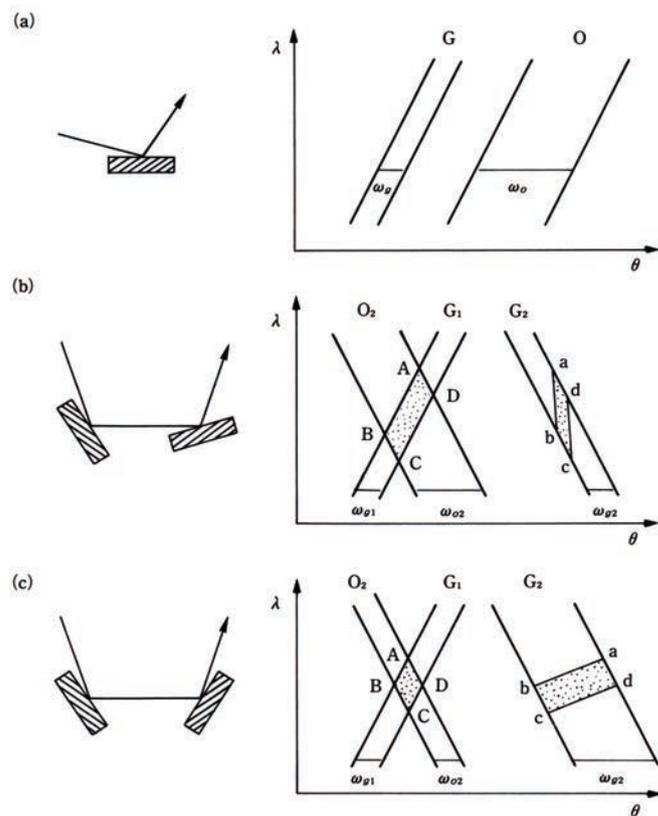


図 11.17 非対称反射を含む (+,+) 配置の光学系のデモン図による表示 (ビーム特性窓の付近だけを描いてある)¹⁰⁾ (a) $b < 1$ の非対称反射 (b) $b_1 < 1, b_2 < 1$ の (+,+) 配置 (c) $b_1 < 1, b_2 > 1$ の (+,+) 配置

の配置で得られるビームの波長幅 $\Delta\lambda$ (あるいはエネルギー幅 ΔE) と発散角 $\Delta\theta$ を与える. またその面積が X 線強度に比例する. 第 2 結晶を回転させると θ に $\Delta\theta$ が加わり, デモン図上で横軸 θ_2 の原点を $\Delta\theta$ だけずらすことになる. つまり第 2 結晶の曲線を横軸に沿って移動させることに対応する.

特に第 1 と第 2 結晶の種類が同じで, しかも用いる格子面も等しい (+, -) 平行配置 (図 11.16(b)) では 2 つの結晶の曲線は全体で重なり合い, 広い範囲の波長の X 線が回折にあずかる. この細長いビーム特性窓は, 特性線のスペクトル幅や, 光源の大きさ, スリット幅などで決まる発散角によって制限される. 第 2 結晶を回転すると, ごく狭い反射幅の範囲だけで回折する.

11.4.2 (+,+) 配置の光学系

11.4.1 の場合と同様に, 2 つの結晶の回折面間の角 θ を一定に保てば, つぎの関係が成り立つ.

$$\theta_1 + \theta_2 = \theta, \quad d\theta_1 = -d\theta_2 \tag{11.16}$$

デモン図は図 11.16(c) のように, 第 2 結晶に関する曲線は, 横軸 θ_2 の原点を横軸 θ_1 の原点から θ だけずらしたうえ, 折り返して描く. このときのビーム特性窓から幾何学的に (11.12) が求められる. この狭い $\Delta\lambda$ と $\Delta\theta$ をもつビーム特性窓は実効的にスリットなしで得られている. 第 2 結晶を回転させると, 11.4.1 と同様に第 2 結晶の曲線を横軸に沿って平行移動させることになる.

((+, +, ±) 配置の光学系)

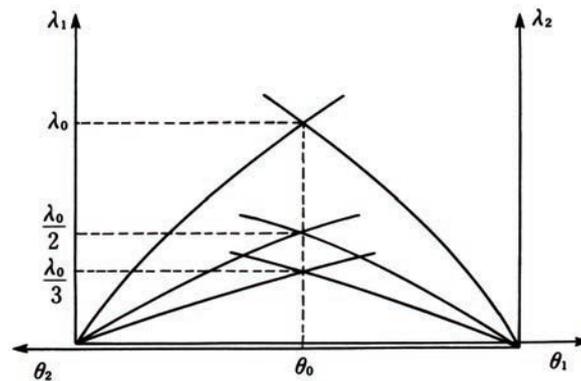


図 11.18 同一格子面を用いる (+, +) 配置の 2 結晶分光系では高調波を除去できないことを示すデモン図

3 結晶法の (+, +, +) 配置や (+, +, -) 配置では, 図 11.16(d) のように第 3 結晶に関する曲線をデモン図にさらに加える. 第 3 結晶を回転するのはやはり, その曲線を横方向に移動させることであり, 第 1, 第 2 結晶の曲線の重なったビーム特性窓を横切るときに第 3 結晶による回折が生ずる.

11.4.3 非対称反射を含む 2 結晶光学系

11.4.1, 11.4.2 では対称反射の場合を扱ったが, 非対称反射を用いるとビーム特性窓の形を変えることができる. 非対称反射では, (11.8) に示すように入射側と出射側で全反射幅と屈折効果が異なる. そこでデモン図上の曲線は入射側 (O) と出射側 (G) を別々に描く必要がある. $b < 1$ のとき, 入射側の方が全反射幅と屈折効果による角度ずれが大きいので図 11.17(a) のようになる.

$b_1 < 1, b_2 = 1$ の (+, -) 平行配置の場合 (図 11.12(c)), 図 11.16(b) のデモン図を借りれば, 第 1 結晶のバンドに幅の狭い G_1 のバンドが入り, それと第 2 結晶のバンドが第 2 結晶の回転によって重なり合うので, 第 2 結晶の固有な回折強度曲線が得られることが分かる.

$b_1 < 1, b_2 < 1$ の (+, +) 配置の場合 (図 11.17(b)), 第 1 結晶で O_1 のバンドに入った X 線が G_1 のバンドにくる. それと第 2 結晶の O_2 のバンドが ABCD の重なった領域をつくる. 第 2 結晶で O_2 のバンドから G_2 のバンドにくるとき, 角度広がり b_2 の因子だけ減るので, ABCD の領域は G_2 のバンド内で abcd の領域に変わる. これがビーム特性窓であって, $\Delta\theta$ は小さくなる. ΔE は (11.13) のように得られる.

$b_1 < 1, b_2 > 1$ の (+, +) 配置の場合 (図 11.17(c)), G_1 のバンドと O_2 のバンドの重なった領域 ABCD はごく小さくなる. これは G_2 のバンド内で横に広がって領域 abcd になる. このビーム特性窓の ΔE はやはり (11.13) で与えられる. この場合, ΔE は小さくなる.

なお, デモン図は角度 - 波長分布を扱うが, ビームの空間的な広がり, つまり位置の情報が含まれていない. 一方, 電子光学などで用いられる位相空間光学では, 空間座標と運動量座標からなる位相空間を考える. これは, 光軸に沿った運動量 p_z に対してそれに垂直な向きの小さな運動量を p_x とすれば, 光線と光軸のなす角は p_x/p_z で表わすことができるので, 位置 - 角度分布を扱っているともいえる. この両者を合わせてもっと一般的に位置 - 角度 - 波長分布を 3 次的に扱う方法があり, それからビーム幅, 発散角と波長幅が求められる¹¹⁾.

11.5 高調波除去の光学系

連続スペクトルをもつ放射光などから分光結晶により波長 λ の X 線を得るとき, その中に $\lambda/2, \lambda/3$ などの高調波も一緒に含まれる. Si や Ge の 111 反射や 311 反射を用いると, それぞれ 222 反射, 622 反射

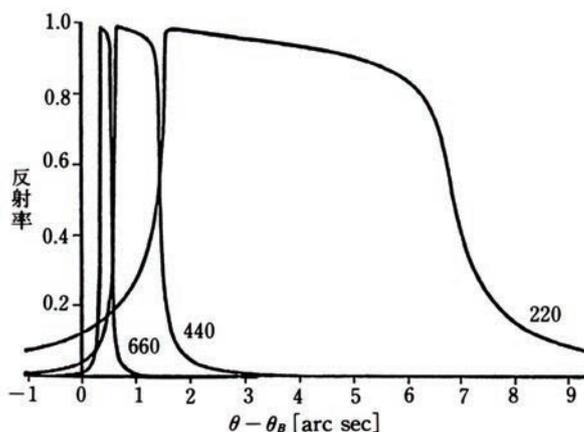


図 11.19 Si 220 基本反射 ($\lambda = 0.154$ nm) および高次の 440 反射 ($\lambda = 0.077$ nm) と 660 反射 ($\lambda = 0.0358$ nm) に対する回折強度曲線のプロファイル (σ 偏光を仮定している)¹²⁾

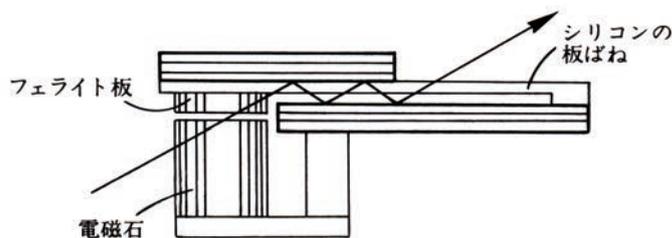


図 11.20 高調波除去用の 2 結晶光学系 電磁力により平行配置から微小角だけずらす¹²⁾.

が禁制なので、 $\lambda/2$ の高調波が含まれず都合がよい。(+, +) 配置にしても高調波は除去できないのはデューモン図からすぐ分かる (図 11.18)。

高次反射を除去するには、結晶と、全反射ミラーあるいはフィルターを組み合わせるのが有効である。また 2 つの完全結晶板を (+, -) 平行配置から微小角ずらす方法がある。図 11.19 の基本波と高調波に対する回折強度曲線のプロファイルにみられるように、高次反射ほど全反射幅と屈折によるずれが小さい。そこで 2 つの結晶を平行配置から微小角ずらして、基本反射のプロファイルは部分的に重なるが高次反射は重ならないようにすれば、高次反射は除去される。実際に図 11.20 のようにシリコンブロックからモノリシックにつくられている例を示す。2 結晶板のつながりの部分が板ばねの役目をし、第 1 結晶と第 2 結晶のなす角が電磁石によって微小に変えられる。多重回の回折も利用すると回折強度曲線のプロファイルの裾がなくなるので、高調波成分はさらに減る。

11.6 X線単色化の光学系

実験に必要な単色化の程度に応じて各種の X 線分光素子が用いられる。それにより得られる X 線のエネルギー分解能、エネルギーバンド幅と可干渉距離を表 11.1 に示す。エネルギー幅 $\Delta E/E (= \Delta\lambda/\lambda)$ の X 線ビームの可干渉距離は $\lambda^2/\Delta\lambda$ 、可干渉時間は $(\lambda^2/\Delta\lambda)/c$ で与えられる (2.2.7 参照、係数は無視)。可干渉距離は特性 X 線の場合 $0.2 \sim 0.5 \mu\text{m}$ であるが、例えば $\Delta E/E = 10^{-6}$ まで単色化すると、 $100 \mu\text{m}$ ぐらいに長くなる。

最も粗い単色化には多層膜が用いられる。大きな積分強度も必要な単色化には、運動学的回折効果が働くパイログラファイトや LiF のようなモザイク結晶が用いられる。これらでは、スリットにより発散角を

表 11.1 X線の単色化 各種のX線分光素子で得られるエネルギー分解能 ($E = 10 \text{ keV}$ とする) とともに, 可干渉時間 $\tau_c = h/(2\Delta E)$ と可干渉距離 $l_c = c\tau_c$ を示す.

X線分光素子	エネルギー分解能 $\Delta E / E$	バンド幅 $\Delta E \text{ (eV)}$	可干渉時間 (sec)	可干渉距離 (mm)
(トムソン散乱分光素子)				
多層膜		10^2	2×10^{-17}	6×10^{-6}
モザイク結晶		10	2×10^{-16}	6×10^{-5}
		1	2×10^{-15}	6×10^{-4}
		10^{-1}	2×10^{-14}	6×10^{-3}
完全結晶		10^{-2}	2×10^{-13}	6×10^{-2}
		10^{-3}	2×10^{-12}	6×10^{-1}
		10^{-4}	2×10^{-11}	6
(核共鳴散乱分光素子)				
GIAR膜		10^{-5}	2×10^{-10}	6×10
多層膜		10^{-6}	2×10^{-9}	6×10^2
完全結晶		10^{-7}	2×10^{-8}	6×10^3
		10^{-8}	2×10^{-7}	6×10^4

制限したうえで, 多層膜や結晶で単色化される. 指向性の高い放射光に対しては, 動力的回折効果が働くシリコンのような完全結晶が用いられる¹²⁾. 完全結晶による単色化は, 2結晶の(+, -)配置のモノクロメーターで行なわれる. この場合は, 発散角も狭くなるので, スリットは効かない. ごく狭いバンド幅の高単色性X線を得るには, 極端な非対称反射や擬似垂直入射が利用される. 極端にエネルギー幅を狭めた超高単色性X線を得るには, これらのトムソン散乱に基づく分光素子の代わりに核共鳴散乱によるものが用いられる.

11.6.1 極端な非対称反射の利用

非対称反射の場合の基本は, (+, +)配置で, $b_1 < 1, b_2 > 1$ の組み合わせである(図 11.13(b)). すれすれの入射/反射にすれば, バンド幅はより狭くなる. また, 使い勝手をよくするには, 入射方向と出射方向を一致させる. このような光学系を図 11.21 に示す.

図 11.21(a) は, (+, +, -, -)配置で非対称反射と対称反射を $b_1 < 1, b_2 = b_3 = 1, b_4 > 1$ のように組み合わせる. このような形のは nested (入れ子の) monochromator とよばれる. SPring-8 では, 2つのチャンネルカット Si 511 と Si 975 のブロックを入れ子にしたモノクロメーター ($E = 14.41 \text{ keV}$, $\Delta E = 2.5 \text{ meV}$) が ^{57}Fe 核共鳴散乱の実験に用いられている¹³⁾.

一方, 図 11.21(b) は, (+, -, -, +)配置で非対称反射を $b_1 < 1, b_2 < 1, b_3 > 1, b_4 > 1$ のように組み合わせる. これのデモン図を図 11.22 に示す. 実際, $E = 14.41 \text{ keV}$ で, 4個の結晶とも Si 11 5 3 反射の場合 ($\theta_B = 80.4^\circ, \omega_s = 1.8 \mu\text{rad}$), $b_1 = b_2 = 1/b_3 = 1/b_4 = 1/10.4$ ($\alpha = 78.4^\circ$) とすれば, σ 偏光に対して計算値は $\Delta E = 0.10 \text{ meV}$ である.

Si 単結晶の育成には, 引上げ法 (CZ 法, Czochralski (チョクラルスキー) 法) と浮遊溶融帯域法 (FZ 法, floating zone 法) がある. 引上げ法では石英のつぼが使われ, 不純物による成長縞が含まれるので, 高

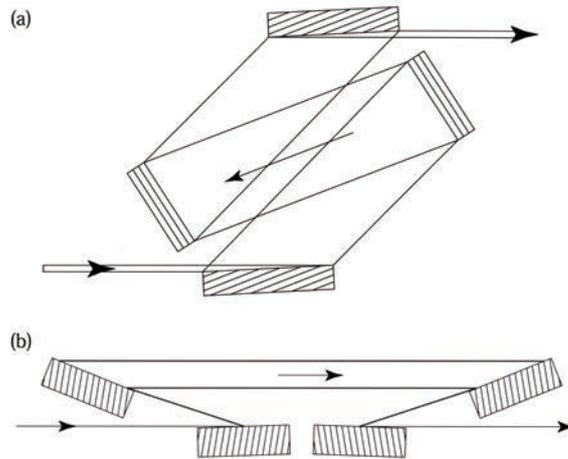


図 11.21 高単色化の X 線光学系 (a) (+, +, -, -) 配置¹³⁾ (b) (+, -, -, +) 配置¹⁴⁾

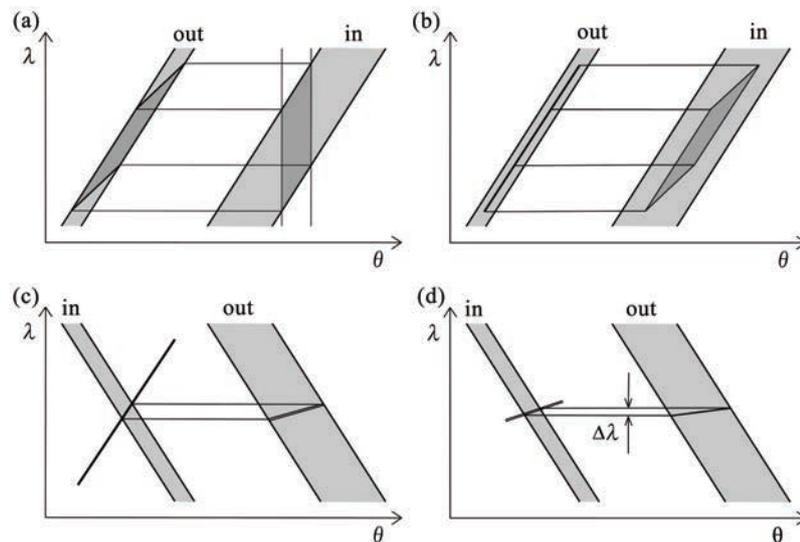


図 11.22 高単色化モノクロメーターである図 11.21(b) のデモン図 (a), (b), (c) と (d) はそれぞれ第 1, 第 2, 第 3 と第 4 結晶に関するものである。各結晶の入射側を in, 出射側を out と表示している。灰色の帯状の部分は各結晶において回折に関わることのできる領域, 黒色の部分はモノクロメーターで X 線が占める領域を示す。

分解能の分光には FZ 法の Si 結晶が用いられる。しかし、それでも $\Delta d/d \sim 10^{-7}$ の格子歪みがあるので、その影響が現われる。いまの場合、入射スリットのサイズが $100 \times 23 \mu\text{m}^2$ としたとき $\Delta E = 0.12 \text{ meV}$ であるが、スリットサイズを 20 倍に広げたとき $\Delta E = 0.14 \text{ meV}$ にバンド幅が広がった。これは局所的に $\Delta d/d = 5 \times 10^{-9}$ の格子歪みがあることであって、Si 表面の X 線照射面積を狭くする必要がある¹⁴⁾。

(屈折レンズによる集束作用の利用)

上流に放物線状の屈折レンズを置き発散光を平行光にしたあとに、対称反射とすれすれ出射の非対称反射を平行配置で行なわせ、最後に光源サイズと同じ位の幅のスリットで限ると、条件によっては 0.1 meV まで到達可能であることが示されている¹⁵⁾。

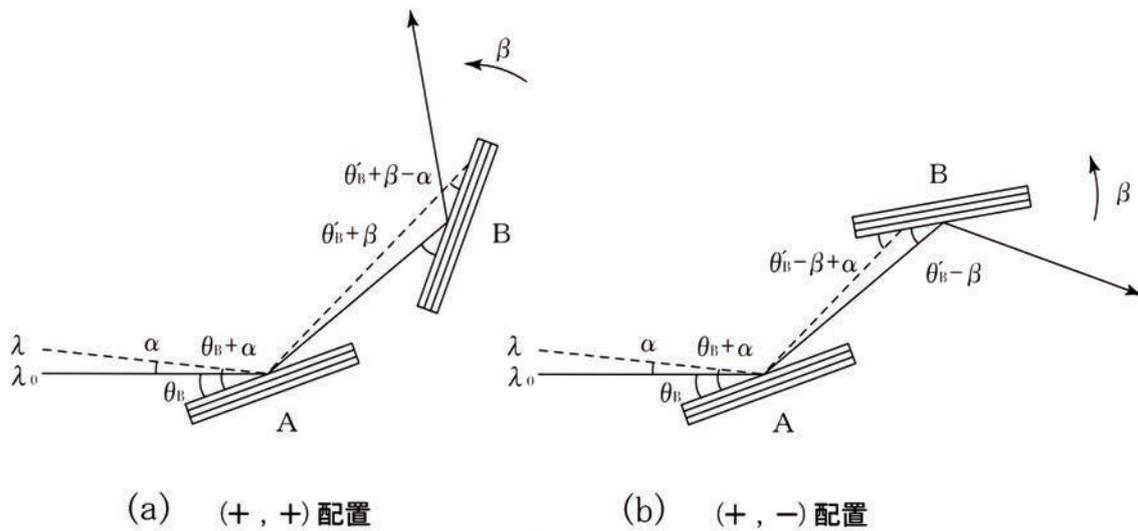


図 11.23 2 結晶配置におけるビームの経路 (a) (+, +) 配置 (b) (+, -) 配置

11.6.2 擬似垂直入射の利用

擬似垂直入射 (12.1.2 参照) を利用すれば, Si の 999 反射, 11 11 11 反射と 13 13 13 反射で, それぞれ分解能が $\Delta E = 2.4 \text{ meV}$ ($\Delta E = 17.8 \text{ keV}$), 1.2 meV (21.7 keV) と 0.6 meV (25.7 keV) が得られ, それを SPring-8 の大型で, 高分解能の X 線非弾性散乱分光装置で用いられている。

高い対称性をもつ立方晶系のシリコンとちがって, 低い対称性をもつ菱面体晶系の水晶や六方晶系のサファイアではブラッグ角が 90° に近い格子面をかなり自由に選択可能である。シリコンほど完全性は高くないが, 5 mm 角ぐらいの領域は利用できる。また, サファイアは水晶よりもデバイ-ワラー因子が大きいのので, 高エネルギー X 線の単色化に適している。

11.6.3 核共鳴散乱の利用

トムソン散乱に基づく分光素子で得られる極限的なバンド幅は数 meV である。核共鳴散乱 (応用編 II) を利用すると単色性をさらに桁違いに向上させることができる。

共鳴準位幅に応じた μeV から neV レベルのバンド幅をもつ散乱線が得られる。核モノクロメーターとしては共鳴核を含む GIAR (grazing incidence anti-reflection) 膜, 多層膜と完全結晶がある。

11.7 多重結晶回折計・分光計の特性

2 結晶あるいは 3 結晶からなる多重結晶回折計・分光計 (multi-crystal diffractometer・spectrometer) では, それぞれ 1 個あるいは 2 個の完全に近い結晶がモノクロメーターやコリメーターの役目をする。ここでは, 2 結晶回折計・分光計の場合を扱う¹⁶⁾。X 線は 2 つの結晶で順に反射する。第 1 結晶 A は固定され, 第 2 結晶 B は回転される。2 回反射でビームが逆向きに折れ曲がる (+, -) 配置 (図 11.23(a)) と同じ向きに折れ曲がる (+, +) 配置 (図 11.23(b)) がある。まず, (+, +) 配置について扱う。水平面を散乱面とし, 入射光の水平方向の発散を考慮し, 垂直方向の発散は無視する。第 1 結晶へ入射する波長 λ_0 の中心光線は, ブラッグ角に等しい視射角 θ_B をもつ。それから角 α だけずれた波長 λ の注目する光線は, 視射角 $\theta_B + \alpha$ をもつ。ブラッグ角は $\theta_B + \Delta\theta_B$ で, $\Delta\theta_B = (\lambda - \lambda_0)d\theta_B/d\lambda = [(\lambda - \lambda_0)/\lambda_0] \tan \theta_B$ と

なる。角度のずれ $\Delta\theta$ の関数である反射能 $R(\Delta\theta)$ は $\Delta\theta = 0$ でピークをもち、 $\Delta\theta$ は視射角からブラッグ角を差し引いて

$$\Delta\theta = (\theta_B + \alpha) - (\theta_B + \Delta\theta_B) = \alpha - \Delta\theta_B \quad (11.17)$$

となる。第2結晶に対しては記号にダッシュをつけて表わすと、 λ_0 でのブラッグ角は θ'_B 、 λ でのブラッグ角は $\theta'_B + \Delta\theta'_B$ であり、ここで $\Delta\theta'_B = [(\lambda - \lambda_0)/\lambda_0] \tan \theta'_B$ である。反射能は $R'(\Delta\theta')$ である。第2結晶を図の向きに角 β だけ回転すると、

$$\Delta\theta' = (\theta'_B + \beta - \alpha) - (\theta'_B + \Delta\theta'_B) = \beta - \alpha - \Delta\theta'_B \quad (11.18)$$

一方、(+, -) 配置については、

$$\Delta\theta' = (\theta'_B - \beta + \alpha) - (\theta'_B + \Delta\theta'_B) = -\beta + \alpha - \Delta\theta'_B \quad (11.19)$$

と表わされる。

結局、各配置に対して第2結晶からの反射強度は

$$P(\beta) = \int_{\lambda_{\min}}^{\lambda_{\max}} \int_{-\alpha_m}^{\alpha_m} G(\alpha) J(\lambda - \lambda_0) R(\alpha - [(\lambda - \lambda_0)/\lambda_0] \tan \theta_B) \times R'(\pm\beta \mp \alpha - [(\lambda - \lambda_0)/\lambda_0] \tan \theta'_B) d\alpha d\lambda \quad (11.20)$$

と表わされる。ここで上の符号は (+, +) 配置、下の符号は (+, -) 配置に対応する。 $G(\alpha)$ と $J(\lambda - \lambda_0)$ はそれぞれ入射線の発散角と波長の強度分布である。なお、垂直方向の発散を考慮すれば、発散角を φ として、(11.17) の $\Delta\theta$ と (11.18), (11.19) の $\Delta\theta'$ にそれぞれ $-(\varphi^2/2) \tan \theta_B$ と $-(\varphi^2/2) \tan \theta'_B$ の項が加わる。

R と R' の回折幅は極めて狭いとして $\Delta\theta = 0$, $\Delta\theta' = 0$ とおき、2式から α を消去すると、

$$\beta - [(\lambda - \lambda_0)/\lambda_0] (\tan \theta_B \pm \tan \theta'_B) = 0 \quad (11.21)$$

となるので、2結晶回折計(分光計)の分散(dispersion) D を $d\beta/d\lambda$ で定義すると、

$$D = (\tan \theta_B \pm \tan \theta'_B) / \lambda_0 \quad (11.22)$$

が得られる。(+, +) 配置では D は1つの結晶の場合の2倍になる。(+, -) 配置は (+, +) 配置にくらべて波長の分散が比較的少ないが、2つの結晶の種類が同じで、反射面も同じ場合 ($\theta_B = \theta'_B$)、(+, -) 配置では $D = 0$ 、すなわち非分散になる。

((+, -) 平行配置の場合)

この非分散は、別の見方をすれば、前述のように各波長の X 線と一緒に回折することで、この特別の配置が (+, -) 平行配置である。反射能 R は R' と等しく、 $\Delta\theta = 0$ に近いごく狭い範囲で値をもつので、その範囲では G と J は一定であるとし、積分の範囲を $\pm\infty$ とすると、(11.20) から

$$P(\beta) = K \int_{-\infty}^{\infty} R(x) R(x - \beta) dx \quad (11.23)$$

の形に表わされる。この特別の配置では、 $P(\beta)$ は波長の広がりに関係しないが、垂直方向の発散にも無関係である。(11.23) で、 $P(\beta) = P(-\beta)$ が成り立ち、 $\beta = 0$ のまわりに対称になる。 R は吸収があるときには非対称な形になるが、その場合でも $P(\beta)$ は対称な形になる。 R のプロファイルがガウス型でその半値幅が ω_s の場合、 $P(\beta)$ の半値幅は $\sqrt{2}\omega_s$ となる。

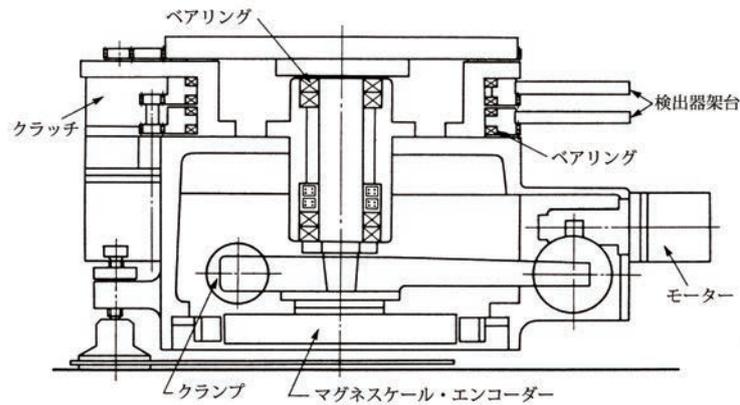


図 11.24 精密ゴニオメーターの正面図¹⁶⁾

いままでは R として結晶表面と回折面が平行な対称反射の場合を扱ってきたが、それが平行でない非対称反射では回折幅が変わるので、その場合を考慮して第1結晶と第2結晶の反射能をそれぞれ R_1 と R_2 とおく。そのとき (11.23) は

$$P(\beta) = K \int_{-\infty}^{\infty} R_1(x) R_2(x - \beta) dx \quad (11.24)$$

と表わされる。いま、第1結晶に非対称反射 ($b < 1$) を用いて、第1結晶からの X 線の発散角を狭くすると、第2結晶の固有な (intrinsic) 回折強度曲線の精密測定ができる。また、この場合、X 線ビームの断面積が広がるので、第2結晶のトポグラフィの撮影に都合がよく、平面波 X 線トポグラフィのひとつの配置である。

((+, +) 配置の場合)

(+, +) 配置から得られる X 線のエネルギー幅は、前述のデモン図を用いた解析から分かるように、エネルギー幅は $\Delta E/E = 10^{-5} \sim 10^{-6}$ とすることができ、特性線の自然幅の 1/10 以下のエネルギー幅になる。したがって、第2結晶を回転することにより、入射線のスペクトル分析ができる。精密な蛍光 X 線分析では、このような方法でスペクトルの化学シフトが測られる。なお、分光にはふつう 1つの結晶とスリットの組み合わせが用いられるが、この2結晶分光法ではスリットは実効的に効かず、強度は減るが、高分解能が得られるのが特徴である。

11.8 X線光学系の精密回転・駆動機構

入射線に対して結晶を回転させる回転台のゴニオメーター (goniometer) には使用目的に応じて各種のタイプがある。なお便宜のために、角度の換算を記すと、 $1^\circ = 1.745 \times 10^{-2} \text{ rad}$, $1' = 2.909 \times 10^{-4} \text{ rad} \approx 3 \times 10^{-4} \text{ rad}$, $1'' = 4.848 \times 10^{-6} \text{ rad} \approx 5 \times 10^{-6} \text{ rad}$ であり、 $1'$ と $1''$ に対する換算率の概数は、数字が順に並んでいるので覚えやすい。

(精密ゴニオメーター)

多重結晶回折計などに用いられる高精度のゴニオメーターの例を示す。完全に近い結晶からの反射強度曲線の半価幅が数秒程度であるので、 $0.1''$ 以下の回転精度が必要である。ふつうに使われている回転機構は、図 11.24 のように回転軸につけたタンジェントバーの先端を垂直方向に押す方法である。このゴニオメーターは広角回転ののち、電磁クラッチによる切り替えで微小回転ができる。回転軸から 20 cm (正

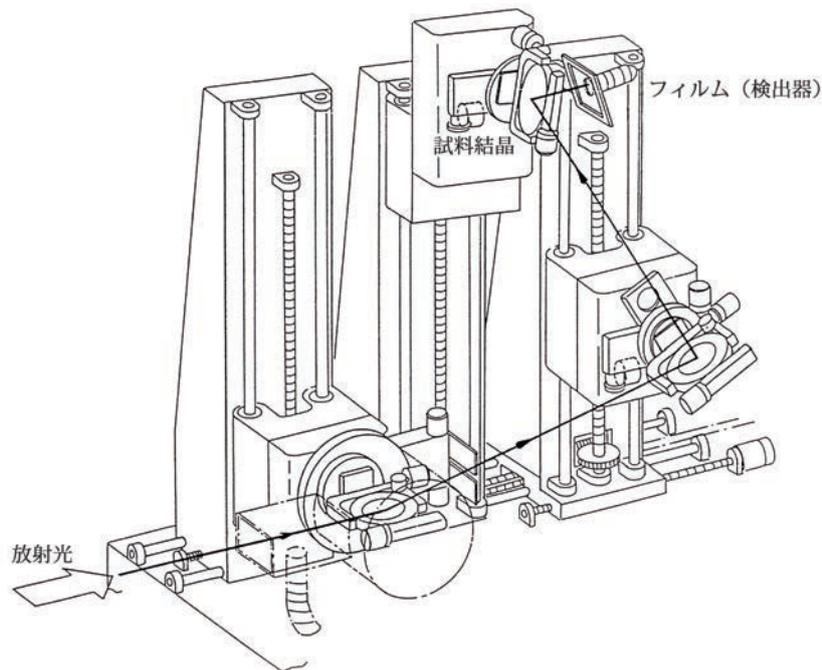


図 11.25 放射光用精密ゴニオメーター 3台のゴニオメーターを用いる (+ m , + n , - n) 配置の平面波トポグラフィの場合¹⁷⁾

確には 20.63 cm) のところをバーに垂直に $1\ \mu\text{m}$ 押せば $1''$ だけ回転する。回転軸には、超精密級のアンギュラー・ベアリングを2個、場合によってはタンデム式に2個1組を2組使用する。軸の振れ、ガタを抑えるために、ベアリングの可動側に対してスプリングによって軸方向に力を加える(予圧を与える)。レバーをマイクロメーターで押す。マイクロメーターは $\pm 0.1\ \mu\text{m}$ の高精度のものがある。軸が回転しない直進式のものも用いられる。マイクロメーターには、ウォームとウォームホイールからなるウォーム・ギアの減速機構を組み合わせて、パルスモーターやシンクロサモーターで駆動させる。また、マイクロメーターの代わりに piezo 効果を用いた圧電素子も利用される。圧電素子は、回折強度などをモニターすることにより、素子に印加する電圧を変えて結晶の回転角を制御するのに用いられる。

PF では、空気軸受けを用いた精密回転テーブルを開発した。回転の芯ぶれを 10 nm 程度に抑えている。全周にわたって 0.1 秒程度の位置制御ができる。

ラポX線用のゴニオメーターは主回転軸が鉛直なふつうの縦型であるが、放射光利用の場合は放射光の電場ベクトルが水平面内にあるので、散乱面は鉛直面内にとられ、ゴニオメーターは主回転軸が水平面内にある横型になる。図 11.25 は放射光用の高精度3結晶ディフラクトメーターの例である¹⁷⁾。ゴニオメーターの重量は板ばねで引張られて、鉛直方向に移動できる。これを複数台入射方向に沿って直線状に並べて、精密X線光学、核共鳴散乱、平面波X線トポグラフィ、微小角入射X線回折などの実験の多結晶配置が設定される。

(弾性変形の利用)

微小駆動機構としては、弾性変形を利用するのが効果的であり、材料から一体でつくと、高精度が得られる。微小回転角は弾性力学に基づく計算によく一致する。ステンレス円筒のねじり変形による微小回転を利用したゴニオメーターがある^{18, 19)}。円筒の両端を固定し、中央部に溶接したレバーの先端をコイルバネを介してマイクロメーターで押す。ねじりを大きくするために円筒にスリットを入れてある。 $10^{-3}\ \text{rad}$ の角度範囲を $10^{-7}\ \text{rad}$ の分解能で回転できる。

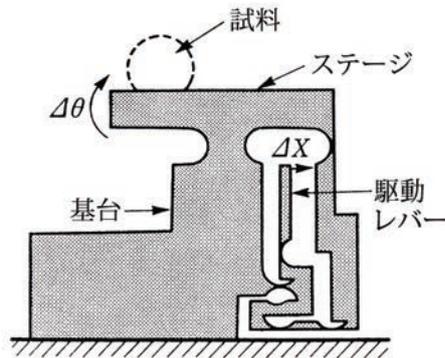


図 11.26 円弧切り欠きばね利用の微小回転機構²⁰⁾

一方、図 11.26 は円弧切り欠きばねを組み合わせて、てこを利用したゴニオメーターである^{20, 21)}。しんちゅうのブロックからワイヤーカット放電加工機でモノリシックに切り出されている。Δx = 1 μm の変位が Δθ = 2.9 × 10⁻⁸ rad の回転を生ずる。10⁻⁴ rad の角度範囲を 10⁻⁹ rad の分解能で回転できる。この切り欠きばねは梁に深い切り欠きが入っている。その薄肉の部分が支点となる。梁のまげ弾性は厚さの 3 乗に逆比例するので、厚さを十分にとれば、変形は支点の近傍に集中する。

なお、結晶ブロック自身に薄い部分をつくり、弾性変形により微小回転や微小平行移動に利用されている。

(微小回転角の読みとり)

微小な回転角の読みを校正は、回転台に平面度のよい鏡をのせ、0.1'' ~ 0.01'' 読みのオートコリメーターを用いて行なう。光学干渉計も用いられる。電気マイクロメーターのヘッドをレバーの先端に接し、微小変位を電氣的に読むこともある。差動変圧型電気マイクロメーターは差動変圧器を使っている。2 組の 2 次コイル中を鉄心が移動するときに各コイルに誘起される起電力の差を利用し、指示誤差が ±0.02 μm という高感度のももある。

広角の角度位置の検出には、ゴニオメーターの回転軸に組み込まれた、高精度の読みのロータリー・エンコーダーが使われる。その電磁誘導型スケールは、固定した円盤と回転する円盤の円周上にジグザグ形状の導体薄板をプリントしたものの隙間をあけて重ね合わせたもので、一方に交流電流を流し、他方で電磁誘導により生ずる電圧を読みとる。マグネスケールでは回転円盤の端面に磁気素子をつけて、接近しておかれた検出ヘッドにより読みとる。モアレスケールでは同心円上に 2 組の光学素子を配置し、一方を回転したときに生ずるモアレ縞の変化を光電的に読みとる。

(恒温, 防振)

精密測定を行なうには、恒温と防振の対策を講ずる必要がある。回折計の素材の線膨張係数は 10⁻⁵ ~ 10⁻⁶ deg⁻¹ であるから、10⁻⁶ rad 以上の精度の測定を行なうためには、室温の変化を少なくとも ±0.1° 以内に抑えなければならない。したがって装置はよく制御された恒温室に設置する。さらに装置の周囲を 2 重張りのビニールや発砲スチロールなどの囲いで覆ったり、一定温度の水を循環させた恒温槽の中におくと効果的である。熱源はできるだけ恒温室の外へ出し、無人状態で遠隔操作により測定するのが望ましい。装置全体を定盤の上に配置して、マグネットベースなどで固定する。定盤の架台の下には防振ゴムを置くか、空気ばねの防振機構が使われる。架台の各支柱に空気ばねとリザーブタンクが組み込まれており、空気圧縮機と自動電圧調整弁によってレベルが調整される。空気ばねに内蔵されているオリフィスが振動

を減衰させる働きをする。

参考文献

- 1) 原田仁平, 大嶋建一, 坂部知平: 日本結晶学会誌 **24** (1982) 256.
- 2) 西木直巳, 川島 勉, 中 裕之, 牧野正志, 松原英一郎: まてりあ **38** (1999) 43.
- 3) K. Kohra: J. Phys. Soc. Japan **17** (1962) 589.
- 4) U. Bonse and M. Hart: Appl. Phys. Letters **7** (1965) 238.
- 5) S. Kikuta and K. Kohra: J. Phys. Soc. Japan **29** (1970) 1322.
- 6) S. Kikuta: Phys. Soc. Japan **30** (1971) 222.
- 7) T. Matsushita, S. Kikuta and K. Kohra: J. Phys. Soc. Japan **30** (1971) 1136.
- 8) A. Koyama, M. Nomura, H. Kawata *et al.*: Rev. Sci. Instrum. **63** (1992) 916.
- 9) J. W. M. DuMond: Phys. Rev. **52** (1937) 872.
- 10) K. Nakayama, H. Hashizume, A. Miyoshi *et al.*: Z. Naturforsch. **28a** (1973) 632.
- 11) T. Matsushita and U. Kaminaga: J. Appl. Cryst. **13** (1980) 465, 472.
- 12) T. Ishikawa, Y. Yoda, K. Izumi *et al.*: Rev. Sci. Instrum. **63** (1992) 1015.
- 13) 依田芳卓: SPring-8 利用者情報 **4**, No. 5 (1999) 25.
- 14) M. Yabashi, K. Tamsaku, S. Kikuta and T. Ishikawa: Rev. Sci. Instrum. **72** (2001) 4080.
- 15) V. G. Kohn, A. I. Chumakov and R. Ruffer: J. Synchrotron Rad. **16** (2009) 635.
- 16) K. Nakayama, M. Tanaka, S. Annaka *et al.*: “X-Ray Instrumentation for the Photon Factory ”
ed. S. Hosoya *et al.* (KTK Scientific Publishers, Tokyo, 1986).
- 17) T. Ishikawa, J. Matsui and T. Kitano: Nucl. Instrum. Methods A **246** (1986) 613.
- 18) S. Kikuta, T. Takahashi, Y. Tuji *et al.*: Rev. Sci. Instrum. **48** (1977) 1576.
- 19) 菊田惺志, 高橋敏男, 寺田啓子: 日本結晶学会誌 **21** (1979) 143.
- 20) 田中 充, 中山 貫: 応用物理 **50** (1981) 212.
- 21) M. Tanaka and K. Nakayama: Japan. J. Appl. Phys. **21** (1982) L399.

空白のページ

索引

記号/数字

水晶	419
(+, +) 配置	425
(+, +, +) 配置	425
(+, +, -) 配置	425
(+, -) 配置	423
(+, -) 非平行配置	423
(+, -) 平行配置	423
(+, -, +) 平行配置	423
(+, -, -, +) 配置	425
(+, +) 配置	433
(+, -) 配置	433
(+, -) 平行配置	428
(+m, +n, -n) 配置	436
σ 偏光	430
⁵⁷ Fe 核共鳴散乱	431
(+, +) 配置の光学系	428
(+, -) 平行配置	434
(+, -, +) 配置	426
2 結晶光学系における波長の分散	423
2 結晶分光法	435
2 重湾曲結晶	419
3 角形結晶方式	424
3 結晶回折計・分光計	426
4 円柱方式	424

A

ADP	417
-----	-----

C

CuK α 線	419
CZ 法, Czochralski (チョクラルスキー) 法	432

E

EDDT	417
------	-----

G

Ge	419
GIAR(grazing incidence anti-reflection) 膜	433

I

InSb	419
------	-----

L

LiF	419, 431
LiF 結晶	417

P

PET	417
PG	419

R

RAP	417
-----	-----

S

Si	419
Si 単結晶の育成	432

T

TAP	417
-----	-----

X

X 線照射面積	432
X線分光素子	430

Y

YB ₆₆	419
------------------	-----

あ

アンギュラー・ベアリング	436
位相空間光学	429
ウォーム・ギア	436
ウォームホイール	436
運動学的回折理論	417
エネルギー幅	417, 425, 435
エネルギー幅 ΔE	420
エネルギーバンド幅	430
エネルギー分解能	430, 431
エビタキシャル層	426
エメリー粉	417
円弧切り欠きばね	436
オリフィス	438

か

回折強度曲線の裾の除去	422
回折強度曲線のプロファイルの裾	430
回折幅	434
ガウス型	434
化学シフト	426
可干渉距離	430, 431
可干渉時間	431
共鳴核	433
核共鳴散乱	431, 433, 436
核モノクロメーター	433
完全結晶光学素子	419
擬似垂直入反射	433
擬似平面波	423
逆空間マップ測定	425
逆格子点	425
共鳴準位幅	433
極端な非対称反射の利用	431
空気圧縮機	438
空気軸受け	436
空気ばね	438
屈折効果	429
屈折レンズ	432
蛍光 X 線分析	417, 426
蛍光 X 線分析	435
結晶光学系	417
結晶光学素子	417
恒温	437
恒温室	438
恒温槽	438
光学干渉計	437
高空間コヒーレントビーム	422
光源の大きさ	428
格子定数	426
高精度 3 結晶ディフラクトメーター	436
高調波除去	429
高平行度のビーム (高空間コヒーレントビーム)	422
ゴニオメーター (goniometer)	435

コリメーター 433

さ

サジタル集光 423
 差動変圧型電気マイクロメーター 437
 サファイア 419, 433
 室温の変化 438
 自動電圧調整弁 438
 水晶 419, 433
 垂直方向の発散 434
 水平方向の発散 434
 スペクトル幅 428
 スペクトル分析 426
 スペクトル窓 (spectral window) 427
 スリットによる角度幅 420
 スリット幅 428
 精密X線光学 436
 精密回転・駆動機構 435
 精密回転テーブル 436
 石英るつぼ 432
 積分反射強度 417
 全反射の角度幅 ω_s 420
 全反射幅 429
 全反射フィルター 430
 全反射ミラー 430
 全反射領域 423
 線膨張係数 438
 塑性変形 419

た

対称反射 419
 ダイヤモンド 419
 高い単色性 424
 高い平行性 424
 多重回の対称反射 421
 多重回の非対称反射 422
 多重完全結晶光学系 423
 多重結晶回折計 433
 多重結晶分光計 433
 多層膜 433
 タンジェントパー 435
 単色化 430
 弾性変形 419, 436
 弾性力学 436
 チャンネルカット結晶 421
 チャンネルカットの結晶 425
 超高単色性X線 431
 デバイ-ワラー因子 433
 デュモン図 425, 426, 428, 432, 435
 電気マイクロメーター 437
 電磁クラッチ 436
 電子光学 429
 動力学的回折効果 431
 トムソン散乱 431, 433
 トロイダル・グラファイト集光素子 419

は

パイログラファイト 431

パイログラファイト (熱分解グラファイト, pyrolytic graphite, PG) 417
 波長の分散 434
 発光点から集光点までの距離 419
 発散角 434
 反射能 434
 ビーム特性窓 428, 429
 ピエゾ効果 436
 微小角入射X線回折 436
 微小駆動機構 436
 非対称因子 423
 非対称反射 419, 421, 423, 429
 非対称ヨハンソン型 418
 非弾性散乱分光装置 433
 非点収差 418
 非分散 434
 浮遊溶融帯域法 (FZ法, floating zone法) 432
 ブラッグケース 419
 分光結晶 418
 分散球 421
 分散面 421
 平面波X線トポグラフィ 435, 436
 平面波トポグラフィ 436
 ベリル (緑柱石) 419
 放射光収束用湾曲結晶 423
 放射光用精密ゴニオメーター 436
 防振 437
 防振ゴム 438

ま

マイクロメーター 436
 マグネットベース 438
 まげ弾性 437
 モアレ縞 437
 モアレスケール 437
 モザイク結晶 417, 431
 モザイク度 (mosaic spread) 417
 モノクロ・コリメーター 426
 モノクロメーター 431, 433
 モノクロメーター・コリメーター 426
 モノリシック 423, 430

や

ヨハン型湾曲結晶 417, 423
 ヨハンソン型湾曲結晶 417

ら

リザーブタンク 438
 六方晶系 433
 立方晶系 433
 菱面体晶系 433
 ロータリー・エンコーダー 437
 ローランド円 (Rowland circle) 418
 ロッキングカーブ 418

わ

ワイヤーカット放電加工機 437