

# BL10XU

## 高圧構造物性

### 1．概要

BL10XU は1997年10月の SPring-8 供用開始と同時にファーストビームを実験ステーションに導入し、2001年度で運用5年目を迎えた。この間、リングの High 化や分光結晶の交換など光の質に直接関連する改良も何度か行い、その都度ユーザーの方々から貴重な情報を戴いた。2001年上半期の挿入光源の真空リークなど大きなトラブルも経験したが、最近は多少の変動はあるものの、ほぼ定期的な光を供給するに至っている。

BL10XU では、光源に真空封止型の SPring-8 標準アンジュレータを使い、光学ハッチには単色化のための二結晶分光器を備えている。二結晶分光器についても SPring-8 標準型であり、使用している結晶は Si(111) である。基本となる光学機器がこの二つのみであることから分かるように、光の取り出しに関しては極めて単純化してあり、必要に応じて集光用の屈折レンズや高次光除去のためのミラーなどを挿入する。実際にユーザーが実験を行うステーションとして、高圧構造物性と高輝度 XAFS 測定用の二つのハッチが光学ハッチの後ろにタンデムに繋がっている。屈折レンズは高圧構造物性で、ミラーは高輝度 XAFS で利用されている。

高圧構造物性と高輝度 XAFS の利用状況は、シフト比でほぼ 2 : 1 程度となっている。両ステーションとも課題申請数は多く、多くの方が利用待ちをしたり、シフト数の十分な確保をできずにいる。限りある時間数なので如何ともしがたいが、この分野での放射光の需要の高さを示しているとも言える。以下の項目では、各ステーションの概要を述べ、利用研究の背景となっている装置の状況をまとめておく。

### 2．BL10XU：高輝度 XAFS ステーション

高輝度 XAFS ステーションではアンジュレータからの強力な放射光を使い、主に希薄な系の XAFS 測定を進めている。イオンチェンバーを使った透過法、単素子・多素子（19素子）半導体検出器（Solid-state detector；SSD）を使った蛍光法などによる標準的な XAFS 測定が行えるように、測定モジュール・制御ソフトが揃っている。これらの測定は、x, y, z,  $\theta$ ,  $\phi$ （試料台）、2（検出器）軸を持つゴニオメータ、または1000mm x 1500mm 昇降光学定盤を使って行える。

BL10XU は前述のように二つの実験ステーションを抱え、供用課題数・シフト数の制約が大きい。また、アンジュレータによる高輝度放射光が必ずしも標準的な XAFS 測定に有利であるとは限らない。例えば検出器のカウント

レートによる利用可能な放射光強度の律速やビームの安定性など、単純には扱えない固有の特性もあり、利用に際してはステーションのみならずビーム自体の理解が不可欠である。従って標準的な汎用 XAFS 測定よりも、よりアンジュレータ光の特性を活かした新しい技術の開発やそれを用いた研究などを優先的に進める方針である。このような観点から、上述の標準的な備品は、可能な限り備え付けにせず、各ユーザーの持ち込み装置に都合が良いように、取り外しや配置の自由度を高くしてある。現在、クラスターサイズ、触媒活性サイト、単一極微細構造などの特異状態を選択し解析できる新しい XAFS 手法の開発・測定が精力的に進められている。また、高輝度光を有効利用したホログラフィ実験も進んでいる。大きな装置の整備などは少なくなっているが、各供用課題のアクティビティは高く、ステーションの運用累積時間と共に成果が増えデータもまとまってきている。詳細は学術誌などを参照いただきたい。

### 3．BL10XU：極限構造物性ステーション

BL10XU では高圧 X 線回折実験用の X 線屈折レンズ集光光学系の改造が行われた。本レンズはアクリル製球面型から始まり、ベリリウム (Be) 製シリンダー型を経て、本年度はいよいよ放物面形状を有する Be 製レンズの開発が着手された。2001年度時点においては、試作レンズが設置されたものの研磨面等の工作精度に不十分な点が見られ、集光による輝度増幅は5倍程度に留まった。再研磨の必要があり、本レンズの完成は次年度へと持ち越された。なお、レンズ光学系のアライメントに必要な機器も同時に整備した。

ダイヤモンドアンビルセル (DAC) 用高圧 X 線回折計に関しては、DAC 内の改良が行われ、試料照射後の通過 X 線を遮断するためのダイレクトビームストッパー (BST) 及び DAC からの透過 X 線強度測定用フォトダイオード検出器の自動の遠隔位置操作が可能となって、X 線回折実験に大幅な効率化が実現できた。また、温度制御下での高圧 X 線回折実験を行うため、3種類の新しい DAC を導入した。この件では、低温実験を行うためのベリリウム銅製のもの、レーザー加熱用のもの、ヒータ加熱用のものを整備した。これらを導入することによって、0 GPa から 150 GPa、10 K から 3000 K までに及ぶ広大な温度圧力領域のカバーし、物性研究だけでなく地球・惑星科学の研究への対応を可能にする目的がある。

いずれの DAC でもダイヤモンドを使用した He ガス駆動方式を採用し、圧力制御に関しては迅速性・安定性を高めた機能を有するものである。低温用 DAC に関しては、従来型のものであり約 10 K における加圧が容易で良好な

性能を確認した。レーザー加熱用 DAC に関しては、レーザーのパスの確保に工夫が必要であった。本 DAC ではピストン-シリンダー方式でありながら試料位置が DAC 中心にある特性を生かして、100GPa 以上の超高压と3000K の状態を実現した上でのその場 X 線回折実験に成功した。ヒータ加熱式の DAC は1000K 程度の中間的な高温状態を実現するために導入したが、ヒータ形状や試料周りの熱劣化の無い材料の検討等が必要で、現在のところ500K 程度に留まっている。今後の改良が望まれる。

平成13年度のビームタイム利用に関しては、特定研究課題「高压下における実験的精密構造物性研究手法の開発」が実行されており、全体のビームタイムの約20%を占めた。また主な実行課題の技術的分類として、地球科学上の興味からなるレーザー加熱による高温高压実験、未踏的超高压力領域の実験、低温高压下での実験が実施された。

利用研究促進部門

分光物性 グループ・XAFS チーム

石井 真史

構造物性 グループ・極限構造チーム

大石 泰生