

## BL39XU

### 磁性材料

#### 1. 概要

BL39XU は、磁気散乱・吸収実験ステーションと分光分析実験ステーションが併設された共用ビームラインであったが、2002年後期から分光分析実験ステーションが独立して BL37XU に移ることが決定した。

2001年4月から2002年3月にかけて、BL39XU では以下の点についてのスタディおよびステーションのアップグレードが行われた。ビームラインでは、新型ピンポスト結晶の導入とその評価が行われ、実験ステーションでは、(1) 再凝縮装置付 10 T 超伝導磁石の評価と利用運転の開始、(2) 磁気散乱用回折計の改造、(3) Kirkpatrick and Baez (KB) ミラーを利用した応用研究の開始、および(4) 微小領域分析装置の高度化として 8 チャンネルカウンターおよびシリコンドリフト検出器の導入が行われた。

本稿では、上記項目の内容を簡潔に記述するとともに、BL39XU の2002年3月現在の状況を示す。

#### 2. ビームラインおよび光学系

2001年9月に新型ピンポスト分光結晶を導入した。今回の結晶ではピンポストの形状と配列が変更された。これまでは円形のピンを正方配列させていたもの(以下、「旧型」)を利用していたが、今回の新型では楕円形のピンを千鳥目配列にしている。これによって接合面積が1.5倍となり、回折格

子面の変形が小さくなることが期待される。また、冷却効率の向上により、必要な冷却水の流量が 5 l/min から 3 l/min へと低下し、流水に伴う分光結晶の振動の低減も期待される。この結晶の評価を以下の3点について行った。

(1) 結晶性の評価: 結晶の完全性は、実験ハッチに導入される単色 X 線のビーム形状から評価した。図 1 に、通常利用されている  $\theta$ -Y<sub>1</sub> モードにおける実験ハッチ内の X 線ビームの形状を示す。この結果からビームの大きさは分光器の角度  $\theta$  によらずほぼ一定となっていることがわかる。

例えば、フロントエンド (FE) スリットの開口が縦 (V) 0.5 × 横 (H) 0.5 (1.0 (V) × 1.0 (H)) mm<sup>2</sup> の場合には、0.5 (V) × 1.2 (H) (1.0 (V) × 3.0 (H)) mm<sup>2</sup> となっている。特に注目すべき点は水平方向の X 線ビームの形状である。旧型結晶ではビームが水平方向に分裂していたが、新型結晶ではその分裂構造がなくなっており、明らかに結晶格子面の変形が小さくなったことを示している。6 keV 以下の X 線を利用する場合には、 $\theta$ -Y<sub>1</sub> モードでは分光器第二結晶の水冷却ホルダーで入射光ビームを遮ってしまう\*ため、 $\theta$ -Y<sub>1</sub> モードで利用する必要がある。図 2 には、 $\theta$ -Y<sub>1</sub>

\* 幾何学的な計算によると、ビームサイズ  $\theta$  と仮定すると  $\theta > 19.36^\circ$  ( $E < 5.965$  keV) で、ビームサイズを 0.5 (V) × 1.0 (H) と仮定すると  $\theta > 17.40^\circ$  ( $E < 6.612$  keV) で、アンジュレータからのビームを結晶ホルダーが遮りはじめる。

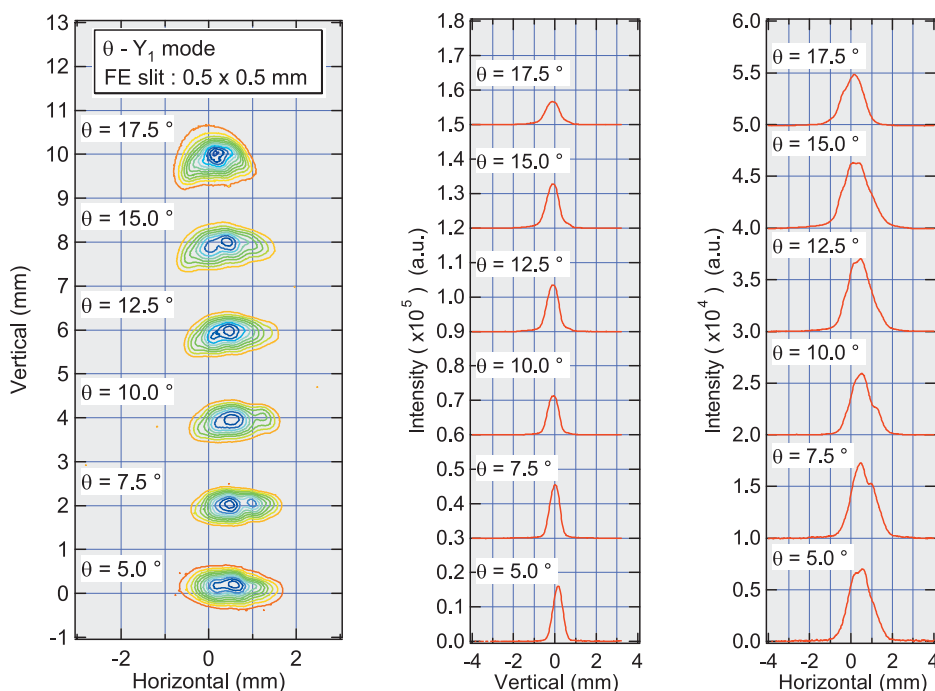


図 1 分光器  $\theta$ -Y<sub>1</sub> モードにおける実験ハッチ内の X 線ビームの形状 (左: 2次元等高線図、中: 縦方向のビーム形状、右: 横方向のビーム形状)。プラスチックシンチレータと可視光 CCD を組み合わせた簡易ビームモニターで測定した。

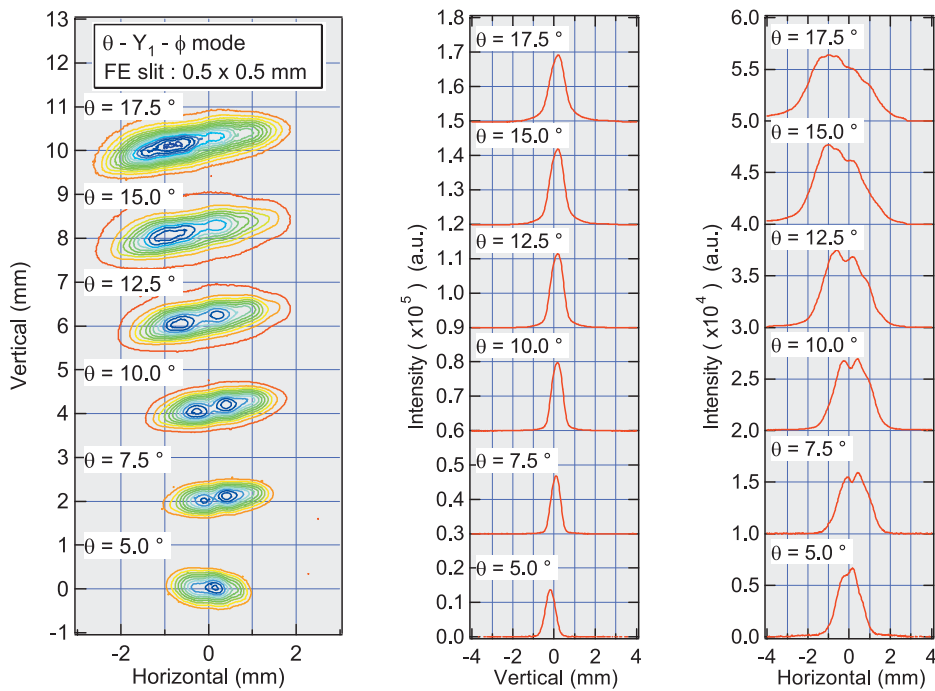


図2 分光器  $\theta$ - $Y_1$ - $\phi$  モードにおける実験ハッチ内のX線ビームの形状 (左: 2次元等高線図、中: 縦方向のビーム形状、右: 横方向のビーム形状)。簡易ビームモニターによる測定。

モードにおける実験ハッチ内でのX線ビームの形状を示している。分光器の角度 $\theta$ とともに水平方向のビームサイズが大きくなっている。(2) X線強度の安定性: アンジュレータからの高強度光が分光器に照射されると、高い熱負荷のために分光器第一結晶の温度が上昇する。第一結晶は水による冷却を行っているが、蓄積リングへの電子入射後にメイン・ビーム・シャッター (MBS) を開けた直後には、第一結晶の一部分だけ温度が急上昇するため、結晶の温度が安定するまでに時間を要する。その時間を見積もるために、ID gap = 12.6 mm,  $E = 7.74$  keV における、MBS 閉の状態から開にした直後の分光器からのX線強度の時間変化を、2種類のFEスリットの開口サイズおよび異なる蓄積リング電流値に対して測定した。分光器が安定するまでの時定数  $\tau_{mono}$  は、得られたX線強度  $I(t)$  の時間変化を次式でフィッティングすることによって求めた。

$$I(t) = A_1 \cdot \exp(-t/\tau_{ring}) + A_2 \cdot \exp(-t/\tau_{mono}) \quad (1)$$

ここで、 $A_1, A_2$  は定数、 $\tau_{ring}$  は蓄積リングの電流の寿命 (固定パラメータ) である。式 (1) でフィッティングして得られた結果を表1に示す。この新型結晶に対しては、蓄積リングの電流96 mA、FEスリット開口 $1.0 \times 1.0$  mm<sup>2</sup>の条件

Ring current (mA)	9.9	9.9	93	96
Aperture of FE slit (mm <sup>2</sup> )	0.5 × 0.5	1.0 × 1.0	0.5 × 0.5	1.0 × 1.0
$\tau_{ring}$ (hour)	562	615	22.0	21.3
$\tau_{mono}$ (sec)	61	13	36	103
drift (%)	0.3	0.3	0.5	1.9

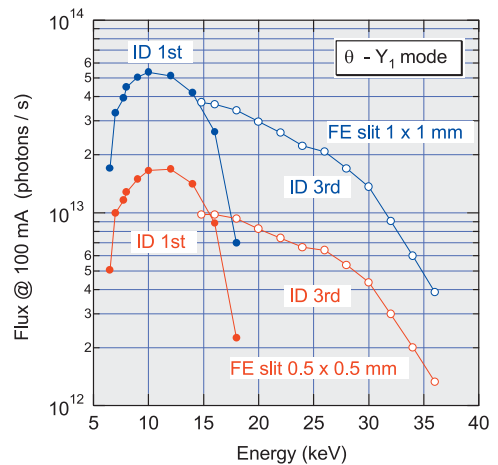


図3 新型結晶を用いた場合の光子フラックスのエネルギー依存性。ID gap および二結晶分光器の平行調整はX線エネルギーに合わせて最適化している。Si PIN フォトダイオードによる電流値から光子数に変換した結果。

件下では、他の条件に比べてドリフトが大きく、分光結晶への熱負荷は完全に切り切れていないと言える。また、MBS 開直後からX線強度が安定するまで1分程度待つてから利用した方がよいと考える。(3) フラックス測定: Si PIN フォトダイオードを利用して光子フラックスの測定

Aperture of FE slit (mm <sup>2</sup> )	0.5 × 0.5 (A)	1.0 × 1.0 (B)	Ratio (B/A)
Photon flux for new crystal (phs/sec)	$1.7 \times 10^{13}$	$5.4 \times 10^{13}$	3.2
Photon flux for old crystal (phs/sec)	$1.3 \times 10^{13}$	$4.8 \times 10^{13}$	3.7

エネルギー依存性の測定を行った。その結果を図3に示す。また、表2には、旧型および新型結晶に対する  $E = 10 \text{ keV}$  ( ID gap = 14.45 mm ) 蓄積リングの電流100 mA あたりのフォトンフラックスの比較を示している。新型結晶の結晶性は前回よりも改善されたが、冷却効率はやや劣っているという結果が得られた。

分光器に対しては、以下のようなスタディも併せて行った。(1) 振動のテスト: X線強度の振動対策として、2000年度は冷却水による分光結晶の振動を軽減するための対策が取られ、100 Hz以上のX線強度の振動がほとんど無くなった。残っていた50 Hzの強い振動成分は、分光器真空チャンパーに直付けしているターボ分子ポンプの冷却ファンによるものであることがわかった。冷却ファンを取り去ってもターボ分子ポンプ本体の冷却には問題がないため、これを取り去ることによって50 Hzの振動成分を除去することができた。また、分光器第一結晶に流す水の流量が減少したため、分光器のロッキングカーブのピークでの強度変動は3.0% (旧型: 8.0%)、結晶の振動が0.6 arcsec (旧型: 0.7 arcsec) と改善された。(2) 定位置出射: 定位置出射に対する調整も行っており、現在、 $\theta = 7.5 \sim 17.5^\circ$  の範囲で垂直方向に60  $\mu\text{m}$  以内、水平方向に300  $\mu\text{m}$  以内の変動に抑えられている。(3) 低エネルギー XAFS 測定: BL39XU で利用可能な X線のエネルギーを Ti K-吸収スペクトル(吸収端:  $E_0 = 4.965 \text{ keV}$ ) の測定を行うことによって評価した。高次光除去法として Pt ミラーを利用した。実験ハッチ内のスリットでビームサイズを1.0 (V)  $\times$  2.0 (H)  $\text{mm}^2$  に整形し、Ti K-吸収スペクトルの測定を行った。 $E = 5 \text{ keV}$  でのフォトン数は  $4.4 \times 10^{11} \text{ phs/sec}$  である。偏向電磁石のビームライン BL38B1\*\*と比較して、2桁以上強いフラックスが得られたものの、BL39XU では  $\theta$ - $Y_1$ -モードのためにエネルギー分解能はやや劣る結果が得られた。



図4 X線磁気吸収およびX線磁気回折実験に用いられる He 再凝縮装置付き10 T 超伝導磁石。

表3 10 T-SCM の主な性能

Magnetic field	- 10 ~ + 10 T
Sweep rate	1 T/min (max)
VTI temperature	1.7 ~ 300 K
Sample temperature	2.0 ~ 300 K
Continuous operation time	7 days (max) * / LHe transfer

\* without temperature control  
In case of temperature control with pumping ( < 4.2 K ), 1 day (max) / LHe transfer

### 3 . 実験ステーション

#### 3 1 磁気散乱・吸収実験ステーション

2000年5月のクエンチによって故障中であった He 再凝縮装置付き10 T 超伝導磁石 ( SCM ) の修理が完了し、2001年6月に再納入された( 図4 )。そして6月および10月にはこのSCMを利用したユーザー実験が行われた。このSCMの主な性能を表3に示す。SCMの予冷には液体窒素を利用せず、冷凍機によって3日かけて予冷を行う。その後、液体ヘリウムをトランスファーして励磁のテストを行うが、はじめは10 Tまでゆっくりと時間をかけて励磁を行う必要がある。一度、 $\pm 10 \text{ T}$ まで励磁を行うと、次回からは1 T/minで励磁可能である。実際のSCMの利用に際して、「振動」と「漏れ磁場」という問題点がある。SCMの振動は、本体に直付けしている2台の冷凍機が原因である。レーザー変位計によって測定されたSCM本体の振動は、鉛直方向に21  $\mu\text{m}$ 、水平方向に9  $\mu\text{m}$ であった。一方、X線と120  $\mu\text{m}$ のピンホールを利用して試料位置での振動を測定すると、鉛直方向に19  $\mu\text{m}$ 、水平方向に63  $\mu\text{m}$ であった。試料位置での水平方向の振動が大きいのは、サンプルロッドが長く鉛直方向に伸びているために、本体の振動によって振り子のように試料位置が振れているためである。振動の周波数は、2つの冷凍機による1.2 Hz ( 住友重機工業社製 ; He 再凝縮用 ) および2.4 Hz ( Leybold 社製 ; シールド用 ) の振動成分が主であるが、試料位置では鉛直方向に38.4 Hz、水平方向に9.6 Hzの強い振動成分が観測された。

もう一つの問題である漏れ磁場は、蓄積リングの電子軌道に影響を与える。利用実験での印加磁場の方向は、水平面内で光軸に対して平行な場合 ( 配置 A ) と垂直な場合

表4 磁気散乱用回折計の主軸5軸の仕様

Axis name	$\theta, 2\theta$	X, Y	( tilt )
Movable range	- 90 $^\circ$ ~ + 180 $^\circ$	$\pm 25 \text{ mm}$	$\pm 5 ( \pm 3 )^\circ$
Pulse number per unit	18,000 pulse/deg	10,000 pulse/mm	30,000 pulse/deg

\* When SCM is mounted on the diffractometer

\*\* Si 111( 平板結晶 ) 二結晶分光器で分光し、高次光除去のためにRhミラーとSiミラーを利用している。試料位置でのビームサイズは0.3 (V)  $\times$  2.0 (H)  $\text{mm}^2$ であり、 $E = 5 \text{ keV}$ でのフォトン数は  $2.6 \times 10^9 \text{ phs/sec}$ であった。

（配置 B）が用いられる。両配置に対する漏れ磁場の電子軌道への影響を、軌道補正が ON/OFF の場合について調べた。軌道補正が OFF の場合には、どちらの磁場配置においても電子軌道に対する鉛直方向への影響が見られる。X 線ビーム位置モニター（XBPM）によって主な挿入光源ビームラインでの光軸の変動を調べた結果、配置 A において最大15 μm、配置 B において最大40 μm の変動が見られた。軌道補正が ON の場合には、配置 A に対してはほとんど影響がなく、配置 B に対して最大15 μm の変動が観測された。実際の運転時には軌道補正は ON の状態であるから、現時点では配置 A のみ使用可能、すなわち X 線磁気吸収測定は可能である。今後、X 線磁気回折実験に利用される配置 B を使用可能にするために、実験ハッチ内に磁気シールドを設置する予定である。

再納入以降、SCM は概ね順調に稼動していた。しかし、10月の利用実験時には、上流部のマイラー窓が2週間にわたる X 線の照射によって穴が空き、断熱真空槽の真空が破れてクエンチするという事故が発生した。この事故による SCM 本体の損傷はなかったが、事故再発防止対策として、光軸上のマイラー膜を2002年3月に Be 窓に交換した。これによって、断熱真空槽の真空度も上昇した。

2001年8月にはステーションの高度化として、磁気散乱用回折計の主軸の改造（+ 2θ-arm + 2θ-arm + X, Y + tilt-）が行われた。各ステージのパルス数と移動距離、移動角度の関係は表4に示す通りである。電磁石および SCM が従来どおり搭載可能で、2θ アーム上のアクセサリもそのまま利用可能である。これによって、磁気回折実験において、試料位置の調整を容易にかつ精密に行うことが可能となった。

### 3.2 分光分析実験ステーション

2000年度に導入された KB ミラーを用いて、X 線マイクロビームを用いる応用研究が開始されている。蛍光 X 線分析における検出下限値として 1 fg 以下（9 keV 励起、Ni 薄膜）が得られており、個別黄砂粒子の微量元素定量分析およびマイクロ XAFS 測定が行われた[1]。さらにこの KB ミラーを微小領域蛍光 X 線分析装置の真空チャンバー内に設置した。10 keV 励起においての Si の励起効率 Ni に対して 1/200程度であるが、Si 程度までの軽元素を対象とした測定が可能となった。

微小領域分析装置の高度化として、蛍光 X 線イメージングにおける多チャンネル化、高速化、高精度化に取り組んでいる。バッファモードを有する 8 チャンネルカウンタ（National Instruments 社製 6602）が導入され、高速イメージングのための検討が始められた。また、高計数率化への対応としてシリコンドリフト検出器（SDD）が導入された。さらに試料の目的部位に正確に X 線を照射するために、微小領域蛍光 X 線分析装置と試料観察用の光学顕

微鏡の試料ステージを連動するシステムを採用した。位置決め再現性に優れた試料マウント法を併せて採用することで、光学顕微鏡で選択した領域に対して 50 μm 以下の位置決め精度で X 線を照射することが可能となった。

### 参考文献

- [1] S. Hayakawa, S. Tohno, K. Takagawa, A. Hamamoto, et al. : Anal. Sci. 17s (2001) i115.

利用研究促進部門  
分光物性 グループ・XAFS チーム  
河村 直己・鈴木 基寛