

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

本ビームラインは、1997年10月のSPring-8供用開始時にファーストビームを実験ステーションに導入し、2002年で運用6年目を迎えた。この間、例えば1999年夏の蓄積リングのHigh化のように光の質に関連する改良も何度か経験し、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あったが、現在はほぼ安定な状態に入っている。

BL10XUは、光源にSPring-8標準の真空封止型アンジュレータを用いており、利用する光子エネルギーに応じて永久磁石のギャップ幅を最適化している。ギャップ固定時のアンジュレータ光は準単色であるため、光学ハッチ内に二結晶分光器を備えている。強力な入射X線による熱負荷の軽減のために傾斜型のSi分光結晶を採用しているが、反射面は(111)である。第一結晶は直接水冷式、第二結晶は間接水冷式である。分光器の機械的な動作についてはSPring-8標準型であるが、分光結晶は熱負荷の軽減と出射光の量及び質のバランスをとりながら、順次改良を加えている。これらの要素は往々にして表裏の関係にあり両立が難しいことから、現在もR&Dを継続している。また、導入した結晶の劣化状況を見て年一回程度交換も行っている。基本となる光学機器はこれらアンジュレータと分光器のみになっており、光の取り出しに関しては極めて単純化してある。しかし用途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ことも出来る。

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。前述の屈折レンズは高圧構造物性で、ミラーは高輝度XAFSで利用している。現在、両ステーションでオリジナルな研究が精力的に進められている。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、100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, (試料台), 2 (検出器)軸を持つゴニオメータ、または1000mm×1500mmのテーブル面積を持つ昇

降光学定盤を使って行える。ゴニオメータには、室温から20Kまで温度制御可能なクライオスタットが搭載可能であり、冷却しながら偏光依存XAFSや定在波を使ったXAFS測定などができる。

このような基本的な装備はそろえてあるが、アンジュレータによる高輝度放射光が必ずしも一般的なXAFS測定に有利であるとは限らない。すなわち、高輝度の光がそのまま高精度・高効率のXAFS観測につながるわけではない。例えば、検出器の許容カウントレートによる利用可能な放射光強度の制限や、ビーム位置がリングの状態に左右されやすいなど、アンジュレータ固有の特性があり、利用に際してはステーション機器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を採っている。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なども進んでいる。大きな装置の整備などは少なくなっているが、目的がはっきりしている分、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た。詳細は学術誌などを参照いただきたい。

3. BL10XU：極限構造ステーション(高圧ステーション)

本高圧ステーションでは、高圧発生デバイスとしてダイヤモンドアンビルセル(DAC)を用いたX線回折法による構造物性の研究が行われている。ステーションにはイメージングプレート(IP)を搭載する回折計が備えられ、高圧だけでなく温度条件もパラメータとした多重極限実験が可能である。現状では、室温実験としては最高250GPa(1GPa=1万気圧)クライオスタットを用いた低温実験では10K・70GPaまで、レーザー加熱法による高温実験では2500K・150GPaまでの領域をカバーし、高圧物性科学と地球・惑星科学及び材料科学の領域での研究が進められている。高圧ステーションでは平成14年度約40件(特定研究課題2件を含む)の共同研究課題が実施された。

高圧ステーションの整備・開発では、X線集光レンズの開発が実行され、またIP回折計の整備・改造が行われた。

DACを用いた高圧実験では試料の高圧発生体積は 10^{-3}mm^3 以下であり、アンジュレータによる高輝度放射光であってもX線強度が不足している。実際、水素やリチウム等の軽元素の固圧実験には1測定点につき数時間の露出時間を要しており、効率良い実験を行うためにはX線集光光学系の整備が必要とされる。平成14年度以来、高圧ステーションに関するビームライン整備・高度化として、X線屈折レンズ集光素子の開発が進められている。本年度はBe製の放物面型多段式レンズ本体の製作が完了し、BL10XUに導入した結果、光子密度は約6倍(使用X線領域: 20~35KeV)の増大を得た。年度末以降、既に共同利用課題の実施の際において、本レンズを使用して高強度X線による実験を供する状況にある。なお、増大率が6倍に留まることは当初目標から極めて低いレベルにある。液体窒素冷却システムが備えられた完全性の高いモノクロ結晶を使用するビームラインにおいて本レンズを試験した結果、上述の増大率は約40倍となりレンズ本体の効能は確かめられている。この結果を受け、モノクロメータ結晶の不完全性によるビーム拡散の影響をいかに低減するかが今後の課題と考えられる。

その他、平成14年度に行った高圧X線回折実験を行う上での測定手法の改良及び装置の導入した主なものを3件を以下に示す。

- ・新型DACの開発：圧力発生をガス駆動方式とし、ダイヤモンドプレートを装着して超高圧(100GPa以上)及び入射とX線回折の広い開口角を確保している。圧力発生と測定の効率化・高精度化が実現された。
- ・IP回折計改造：IP受光面のオフセット配置する改造を行い、高分解能測定が可能となった。試料状態をモニターするため簡易的なX線CCDを導入した。
- ・加熱レーザーの追加：レーザー加熱実験用YAGレーザーに加えて、YLFレーザーを導入した。これによって300GPa・4000Kの条件を満たすための約 $10\mu\text{m}$ 領域の加熱が可能となった。

利用研究促進部門

分光物性I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