

BL22XU 原研 量子構造物性

1. はじめに

BL22XU(量子構造物性ビームライン)は、高圧下での構造解析及び共鳴X線回折・吸収実験を目的として建設された原研専用硬X線ビームラインである^[1,2]。実験ステーションは、蓄積リング棟に実験ハッチ1、RI棟に実験ハッチ3があり、前者で高圧実験が、後者で共鳴回折・吸収実験(含XAFS)が行われる。共鳴X線の実験ではウランのM吸収端(~3.5keV)をひとつの目標とし、片や高圧実験では70keV近傍の高エネルギーX線を必要とする場合があるため、広いX線エネルギー範囲に対応しなければならない。そこで、まず、光源として周期長38mmの真空封止アンジュレータを用い、1次光の下限を約3keVとし、また、高エネルギー用(35~70keV)と低エネルギー用(3~36keV)に二結晶分光器を2台用意した。低エネルギー用分光器はSPring-8標準型準拠(ただし、 θ が43度までまわる)で、一方、高エネルギー用分光器は独立した回転・並進ステージを持つ、いわゆる数値結合型である。どちらもSi(111)を反射面とし、冷却は液体窒素循環装置による間接冷却である。

集光光学系としては、RI棟に光を導く際は、蓄積リング棟実験ハッチ2にある全反射ミラーを用いる。4枚3組のミラーからなり、カットオフエネルギーに応じて使い分けられている。一枚目で縦集光を行い、二枚目で横集光を行う。また、高圧ステーションで実験を行う際は、光学ハッチに設置したベリリウム屈折レンズを用いるようになっている。

2002年の5月14、15日に使用前検査が実施され、5月22日から漏洩検査が始まったが、液体窒素循環装置のトラブルとID22の水洩れのため、夏前に終わったのは低エネルギー用分光器を除く光学ハッチの定格サーベイまでであった^[3]。その後、9月に入って、高エネルギー分光器モードでの実験ハッチの漏洩検査、低エネルギー分光器モードでの光学ハッチ、実験ハッチの漏洩検査と進み、10月2日に全ての検査を終了した。

以下では、ビームライン、及び各実験ステーションでの立ち上げ状況について報告する。

(稲見 俊哉)

2. ビームラインの立ち上げ状況

2-1 高エネルギー分光器

二結晶を独立した回転・並進ステージに載せる、いわゆる数値結合型仕様の高エネルギー分光器はSi(111)面の結晶面を使用しながら、35keVから70keVまでのエネルギー

の利用が可能である。

図1に高エネルギー分光器を使用した際のロッキングカーブの半値幅を黒丸で示す。実線は計算より求められる半値幅である。70keV付近では、ロッキングカーブの半値幅は約1 arcsecまで狭くなった。

しかし、速い振動(>30Hz)があるため、単結晶振動写真のような実験のためにはさらなる調整・対策が必要である。

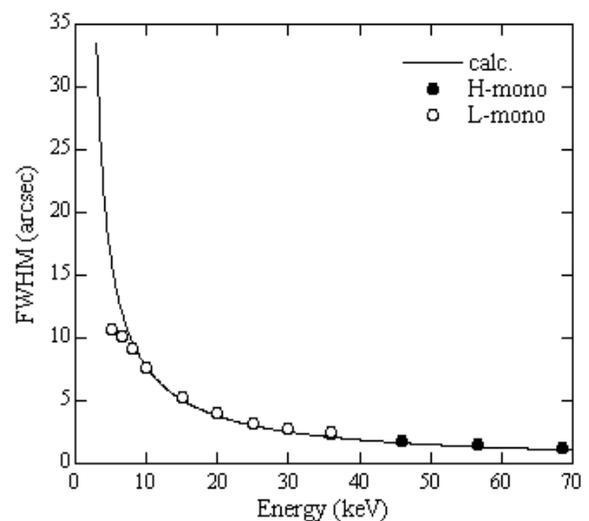


図1 ロッキングカーブの半値幅のエネルギー依存

2-2 低エネルギー分光器

SPring-8標準型準拠の低エネルギー分光器は、Si(111)面の結晶面を使用しながら、3keVから36keVまでのエネルギーの利用が可能である。

図1に低エネルギー分光器を使用した際のロッキングカーブの半値幅を白丸で示す。低エネルギー側で計算値よりもロッキングカーブが狭い結果を得た以外はほぼ計算値と一致していた。

この分光器についても速い振動の問題は残っているが、通常の実験ではほぼ問題なく行えるレベルまで調整が完了している。

2-3 液体窒素循環装置

分光器内の結晶の冷却に際して、液体窒素循環装置の導入は原研として初めてであった。しかし、これまでのSPring-8での6台の液体窒素循環装置の導入実績を参考に

することで比較的容易に調整を進めることができた。

しかしながら、単色化した光が数分の周期で縦方向に0.2mm程度、強度については10%程度振動する現象についてはこれまでのノウハウだけでは対応ができなかった。この原因として、他のビームラインの液体窒素冷却と比べると

- ・液体窒素配管の距離が長く、熱流入が多い
- ・扱うエネルギー領域が広いことで、熱負荷の変化範囲が大きく、一つのパラメータセットで対応できないなどの点があげられる。

そこで、BL22XUではMOSTABを使用したフィードバック(FB)制御を導入した^[4]。これは分光器下流でモニターした放射光強度あるいは位置を、閉ループで第一結晶のθにフィードバックして安定化するものである。図2にI0RC_mode(検出器に入ってきたX線の強度をリングカレントで規格化し、その強度を一定に保つモード)で測定した強度変動を示す。黒線がFB制御していない状態、赤線がFB制御している状態、青線は赤線をリングカレントで規格化したものである。FB制御をすることにより振動していた強度を一定に保ち、光の位置についてもこの方法でほとんど動くことなく制御することに成功し、高圧下などで使用する微小結晶についても十分に実験が行える状態に至っている。

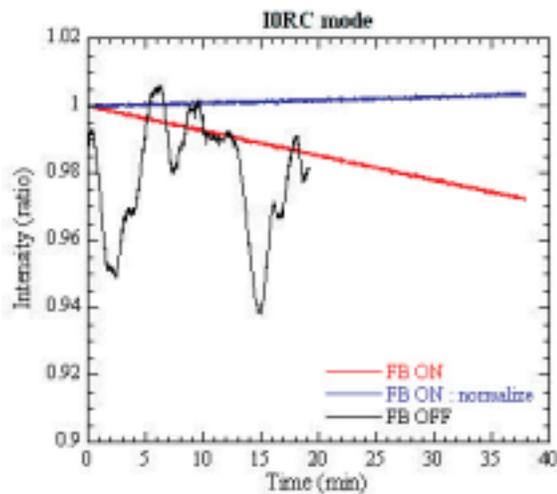


図2 MOSTABを使用したFB制御の例

2-4 ミラー

ミラーの調整についてもスムーズに行うことができ、基礎データ集めまで終了している。

BL22XUでは1枚のはね下げミラー(M0ミラー)と3枚のはね上げミラー(M1、M2、M3ミラー)の合計4枚のミラーで構成されている。M0ミラーにはSi結晶母体上にNiとRhを光軸と平行にコーティングし、使用するミラーとの組み合わせに応じて光軸と垂直方向にスライドさせてど

ちらかを使用する機構になっている。また縦方向に集光させる機構も施されている。M1以下のミラーはそれぞれ表1に示す状態で設置され、どのミラーを使用しても下流部では光がダイレクトビームに対して15mm下にくるように設計されている。

図3に反射率のエネルギー依存性を示す。実線及び点線は計算より求めた反射率である。M1ミラーに比べるとM2、及びM3ミラーの反射率の実測と計算結果との差が大きい。これはコーティングされているRhとNiの表面粗さ、あるいは充填率のためと思われる。

表1 M1、M2、M3ミラー仕様

ミラー	M1	M2	M3
傾斜角度 (mrad)	8	4	1.9
コーティング材	Ni	Rh	Ni
長さ (cm)	60	80	90
M0ミラーからの距離 (m)	0.94	1.88	3.95

また、M0ミラーはベント機構が施されており、縦方向の集光が可能である。一方M1からM3ミラーはシリンドリカルミラーになっており、横方向の集光を行っている。この2つのミラーを組み合わせることにより、最下流部では、 $1\text{mm}^{\text{Vertical}} \times 3\text{mm}^{\text{Horizontal}}$ の光が $0.2\text{mm}^{\text{Vertical}} \times 0.4\text{mm}^{\text{Horizontal}}$ のサイズまで集光することが可能である。

(葛蒲 敬久)

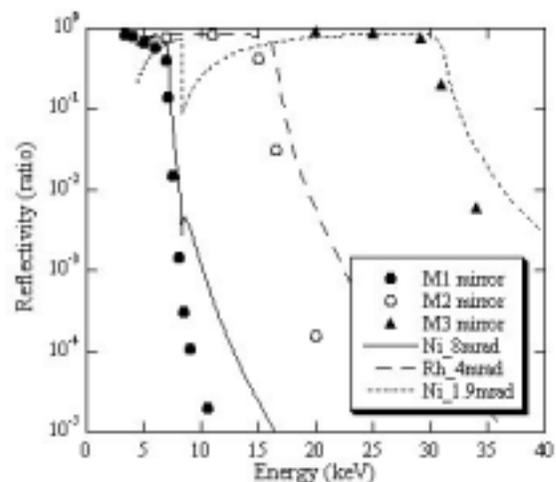


図3 M0-MX (X=1,2,3) ミラーの反射率

3. 実験ステーションの立ち上げ状況

3-1 高圧ステーション

高圧実験用ステーションである実験ハッチ1の2つの回折計のうち、ダイヤモンドアンビルセル(DAC)用回折計についてはその立ち上げを行なった。本装置は、DACを用いた単結晶および粉末実験を室温および低温下で行うこ

とを目標としているが、それらが実現可能となるように努めた。特に、10ミクロン程度の微小試料を扱うことを念頭においているので、それに見合う動作精度の確保に努めた。また、多数の構成要素および機能をコンピュータによって一元的に管理するシステムをとっているが、そのソフトウェアの整備も行った。

もうひとつの回折計、高温高圧その場観察用X線回折装置SMAP180は平成13年度末にBL11XUより移設され、本年度はその試運転および調整を行った。本装置は、高温高圧発生にキュービック型マルチアンビルプレスを用い、角度分散型X線回折実験およびX線吸収による密度測定実験を行うことを目標としている。角度分散型回折実験を迅速化するため新しく作成した放射型スリットのテストを行い、目的の性能がほぼ得られていることを確認した。また、高エネルギーモノクロの利用による高波数までのX線回折実験も試みた。さらにX線吸収測定についても予備的な実験を行った。

(綿貫 徹、片山 芳則)

3-2 RI棟でのX線回折実験

RI棟にある実験ハッチ3では、共鳴X線回折法により、電荷、スピン、軌道、といった電子自由度の秩序状態を観測することを主な目的としている。使用するX線のエネルギーは3.5~30keVであり、必要に応じてリング棟実験ハッチ2にあるミラーを用いて集光することができる。回折計は2 水平振りの二軸回折計と、鉛直振りの四軸回折計が設置されている。回折計の前にはダイヤモンド移相子が設置されており、また、両回折計には2 アームに偏光解析装置が取り付けられている。これらを組み合わせることで、共鳴X線散乱やX線磁気散乱で重要となる偏光を、入射光、散乱光とも制御して実験を行うことができる。

モノクロメータ等の光学系の立ち上げ調整が終了した2002年度後半から、回折計の立ち上げが行われた。その一環として、光学系(モノクロメータ、ミラー等)、回折計、冷凍機等のアクセサリーを一つの制御ソフトspecで操作できるようにした。

まず先に、二軸回折計が設置され、動作精度の確認後、いくつかのテスト実験が行われた。主には、回折計のステージにEulerian Cradleを取り付けて通常の四軸回折計として利用した。また、アクセサリーであるHe循環型冷凍機、He連続フロー型冷凍機、超伝導マグネットについても立ち上げ、動作確認を終え、ほぼ、実験が可能な状態となった。

一方、四軸回折計は2002年度3月に搬入され、動作確認が行われた。2003年度前半に立ち上げを行い、後半からの実験開始を目標としている。

(石井 賢司)



図4 RI棟実験ハッチ3の2軸回折計とHeフロー型冷凍器

参考文献

- [1] 小西啓之、塩飽秀啓、稲見俊哉、片山芳則他：SPring-8利用者情報 6 (2001) 198.
- [2] 小西啓之、綿貫徹、稲見俊哉：SPring-8年報2001年度(2002) 121.
- [3] 小西啓之、塩飽秀啓、菖蒲敬久、戸澤一清、稲見俊哉他：SPring-8利用者情報 7 (2002) 309.
- [4] 工藤統吾、西野吉則、鈴木基寛、谷田肇、古川行人他：放射光 16 (2003) 39.

日本原子力研究所 関西研究所
重元素科学研究グループ
稲見 俊哉、石井 賢司
利用系開発グループ
菖蒲 敬久
極限環境物性研究グループ
綿貫 徹、片山 芳則