

# BL39XU 磁性材料

## 1. 概要

2007年4月から2008年3月にかけて、BL39XUでは以下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。輸送チャンネルでは、(1) ダイヤモンド二結晶分光器への散乱X線シールドの設置、(2) 高分解能分光器用の小型真空チャンバーの設置、および(3) 水平偏向ミラーによるX線ビーム集光のスタディが行われ、実験ステーションでは、(4) 多重極限下X線分光測定のための小型ダイヤモンド・アンビル・セルの製作、(5) ルビー蛍光顕微圧力測定装置によるオンライン圧力測定のための環境整備、および(6) ヘリウムフロー型冷凍機用の試料ホルダー、熱シールドおよびシュラウドの製作が行われた。

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2008年3月現在の状況を示す。

## 2. ビームラインおよび光学系

### 2-1 ダイヤモンド111二結晶分光器 (DDM)

2006年3月のDDM導入当初から、分光器下流でのビーム位置が数日から週単位でゆっくりと水平方向にドリフトする、という問題があった。チャンバー内部の散乱X線による、結晶やステージの温度変化がひとつの原因と考えられる。その対策として、2007年8月の夏季停止期間中に、分光結晶を透過したX線の散乱を抑制するためのシールドの設置を行った(図1)。その結果、ドリフト量は大幅に減少し、2007B期(2007年9月~2008年2月)にはビーム位置のドリフトはほとんど観測されなくなった。

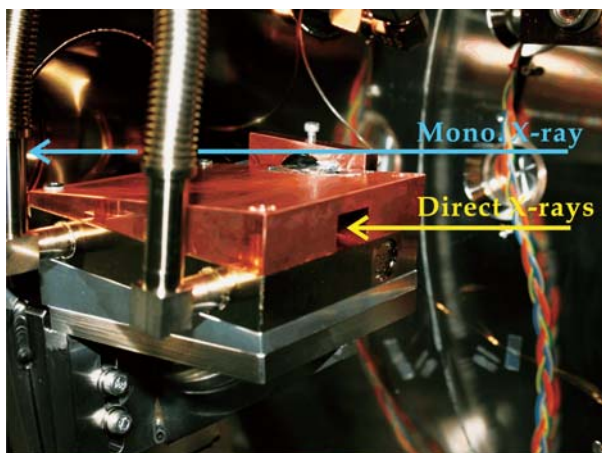


図1 ダイヤモンド二結晶分光器の真空チャンバー内に設置されたX線散乱シールド。ダイヤモンド第一結晶を透過したX線はこのシールドの窓内に入ることによって、チャンバー内部で散乱されるX線量が抑制される。

### 2-2 高分解能分光器

BL39XUでは、X線発光分光や光電子分光のように100 meV以下の高いエネルギー分解能を必要とする実験が増えてきている。そこで、二次分光結晶のための、高分解能ステージ付き小型真空チャンバーをDDMの下流に設置した。このチャンバー内にSi 331やSi 333チャンネルカット結晶を設置し、DDMからのX線をさらに単色化することにより、試料への入射光のエネルギー分解能40~100 meVでの実験が可能となった。

### 2-3 水平偏向ミラー

光学ハッチに設置されている高次光除去用の水平偏向ミラーにはベント機構がついており、水平方向の集光が可能である。以前用いていたピンポストSi 111二結晶分光器では、横方向のビームの広がりのためにこのミラーによる集光は200  $\mu\text{m}$ 程度が限界であった。二結晶分光器をDDMに交換したことによって横方向のビーム広がり小さくなり、その結果、同条件下での横方向の集光ビームサイズは50  $\mu\text{m}$ にまで縮小された(図2)。今後、縦方向の集光ミラーを導入し、高圧下X線分光測定の高効率化を図っていく。

## 3. 実験ステーション

### 3-1 小型ダイヤモンド・アンビル・セル (Tiny-DAC)

多重極限下X線分光測定のための環境整備の一環として、超伝導磁石およびヘリウムフロー型冷凍機等に取り付け可能な

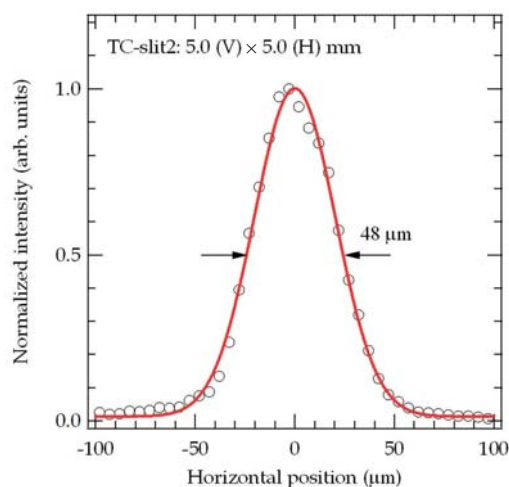


図2 光学ハッチ内の水平偏向ミラー (Rhコート) によるX線ビームの水平方向の集光の様子。FEスリット開口0.5 (V) × 0.2 (H) mm、エネルギー  $E = 10.36 \text{ keV}$ 、視射角  $\theta_0 = 5 \text{ mrad}$  における結果。

Tiny-DACの製作を行った。透過法、蛍光法の両方で利用可能な窓を設けており、これによって最大印加圧力20 GPa下での多重極端条件（強磁場・極低温・高圧）下でのXASおよびXMCD測定が可能となった。

### 3-2 ルビー蛍光顕微圧力測定装置

2006年度に導入された本装置は、これまでオフラインでの圧力測定に用いられていた。本年度には、治具の作製およびステージを付加することにより、XASやXMCD測定中の*in situ*での試料圧力の測定を可能とした（図3）。特に冷凍機を用いた低温下での圧力測定は重要であり、DACの試料室内外に取り付けられた粉末ルビーからの蛍光線 $R_1$ の波長シフト量を測定することによって、試料室内の圧力を求めることができる。図4に示すのは、温度21 Kにおけるルビー蛍光線 $R_1$ の波長シフトの様子である。このシフト量から圧力を計算することによって、DAC試料室内の圧力が9.9 GPaであることが見積もられる。

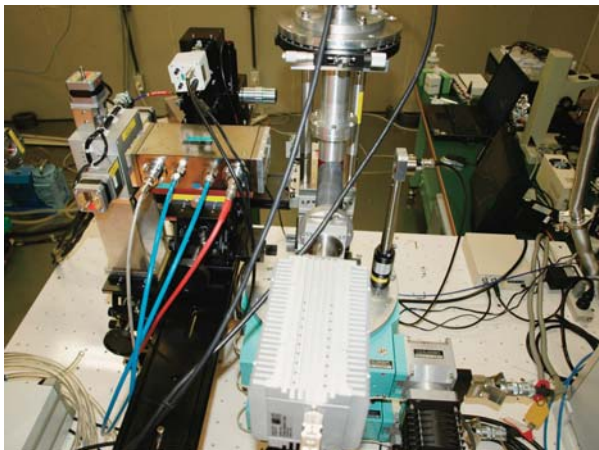


図3 ルビー蛍光法を用いた顕微圧力測定装置 (KeV株式会社製)をXAS測定装置に組み込んだ様子。

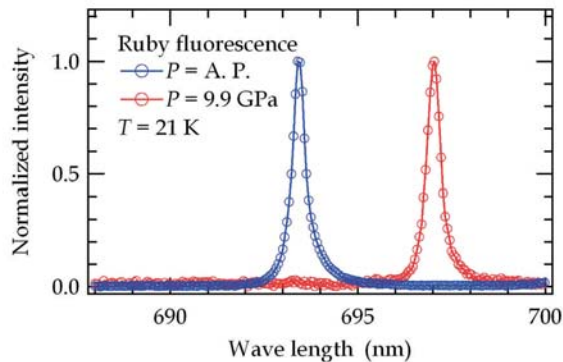


図4 Tiny-DACの試料室内外に取り付けられたルビーからの蛍光線 $R_1$ に対する温度21 Kでの圧力による波長シフトの様子。この波長シフト量からDAC試料室内の圧力は9.9 GPaと見積もられる。

### 3-3 ヘリウムフロー型冷凍機 (He-Cryo)

2006年度に導入されたHe-Cryoは無振動であるため、試料の一様性が影響するような高精度XMCD測定に有用である。また、小さなX線ビームを必要とする高圧下実験でも有用である。本年度は、(1) XMCD測定用の試料ホルダーとシュラウド、および(2) Tiny-DACを組み込むことができる専用の熱シールドおよびシュラウドの整備を行った。(1)では、電磁石との組み合わせによって、最大2 Tの印加磁場下での低温XMCD測定が可能となった。この場合、電磁石の磁極間が10 mmと狭いため、熱シールドの導入が困難で最低到達温度は20 Kである。(2)では、最大0.6 Tの印加磁場下で10~330 Kでの測定が可能となった。今後、低温・高圧環境下における良質なXMCDデータの取得が期待できる。

利用研究促進部門

分光物性 I グループ・MCDチーム

河村 直己、鈴木 基寛