

## BL10XU 高圧構造物性

### 1. 概要

BL10XU 高圧構造物性ステーションでは、放射光 X 線の持つ高輝度・高強度・高分解能な特性を利用して、高圧発生装置ダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた X 線回折法による高圧力下での精密結晶構造解析が行われている。主な利用研究分野は、高圧構造物性科学・材料科学と地球惑星科学である。単体元素から新奇化合物に至る多様で幅広い物質の高圧・低温条件で発現する複雑な構造相転移やそれら結晶構造と振動状態・電子物性相関に関する研究、及び地球深部に相当する高圧・高温条件におけるマントル・核物質の構造状態・相関係・密度変化に関する研究が行われ、年間 30～40 課題数が実施されている。

DAC 内で実現される高圧環境下の試料は非常に小さく、さらに角度制限のあるダイヤモンド観測窓から X 線回折のような透過 X 線を観測する必要がある。そのために BL10XU では、高エネルギー X 線領域 (14～60 keV) における高強度なマイクロビーム生成に関する高度化が進められている。また、数百 GPa に至る超高圧発生や静水圧性、印加圧力の遠隔操作等の高圧力発生技術に加え、高圧力下で低温/高温状態を発生させる多重極限環境制御技術や X 線回折とブリルアン散乱/ラマン散乱/電気抵抗測定を組み合わせた複合同時測定といった実験装置・技術に関する高度化に取り組んでいる。高圧実験の高精度・高信頼性・高効率性の確保及びユーザーフレンドリーなシステムにするため、自動制御・計測技術の改良も進めている。2011 年度には、1) イメージングプレート (IP) 2 次元検出器に関する改造、2) 低温高圧 X 線回折ラマン散乱測定装置の光学系改造、3) 高圧 X 線回折メスバウアー分光同時測定装置の開発が行われた。次項以降、詳細を記す。

### 2. IP 検出器の交換と搭載架台駆動軸の改造

本件では、1997 年以来使用が続けられていた X 線回折像測定用自動読み取り式 IP 検出器を更新した。旧 IP 検出器に関しては、シグナル強度計数系の機械軸不良や制御 PC の老朽化に起因するデータ測定上の不安定性が疑われていたため、シグナル強度の信頼性向上のための光電子倍增管制御改造が施された新規同等品への交換を実施した。また、この IP 検出器を搭載する高耐荷重自動リニアステージの上下駆動を行う Z 軸ステージを追加し、X-Y-Z 軸による空間的位置調整機構に拡張した。図 1 に新規 IP 検出器と自動ステージの写真を示す。これら改造によって、高圧 X 線回折像を測定する際の高精度データ強度取得と空間的

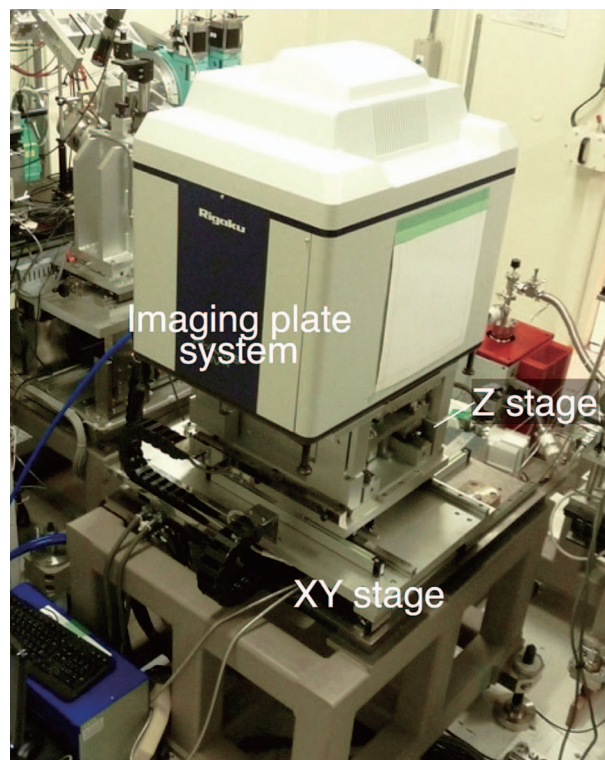


図1 BL10XU実験ハッチ1に設置された新規IP検出器と自動ステージ

自由度の拡張が可能となり、信頼性の高い精密構造物性解析を実施することができるようになった。

### 3. 超高圧実験に対応したラマン光学系の改造

BL10XU 設置の低温・高圧 X 線回折・ラマン散乱同時測定装置は、試料に対して低温高圧条件を印加した状態で、ラマン散乱と X 線回折の同時測定、即ち分子振動状態と結晶構造を同時に観察することが可能なシステムである。本システムでは、同時測定を実現するため X 線とラマン散乱分光の両光軸を一致させる必要があり、その主要技術の 1 つとして長焦点対物レンズを使用している。しかしながら、励起レーザー及び観測領域のスポット径が相対的に大きくなる弱点があった。2011 年度においては、初期設備されていた焦点距離 130 mm の対物レンズに対して、スペースを最適化し、焦点距離 90 mm のレンズに改造した (図 2 参照)。この改造により、レーザースポット径は約 8  $\mu\text{m}$  まで縮小され、また顕微鏡像の拡大率も約 4 倍とすることができた。この結果、微小な試料に対する高精度アライメントが実現され、100 GPa を超える超高圧低温 X 線回折・ラ

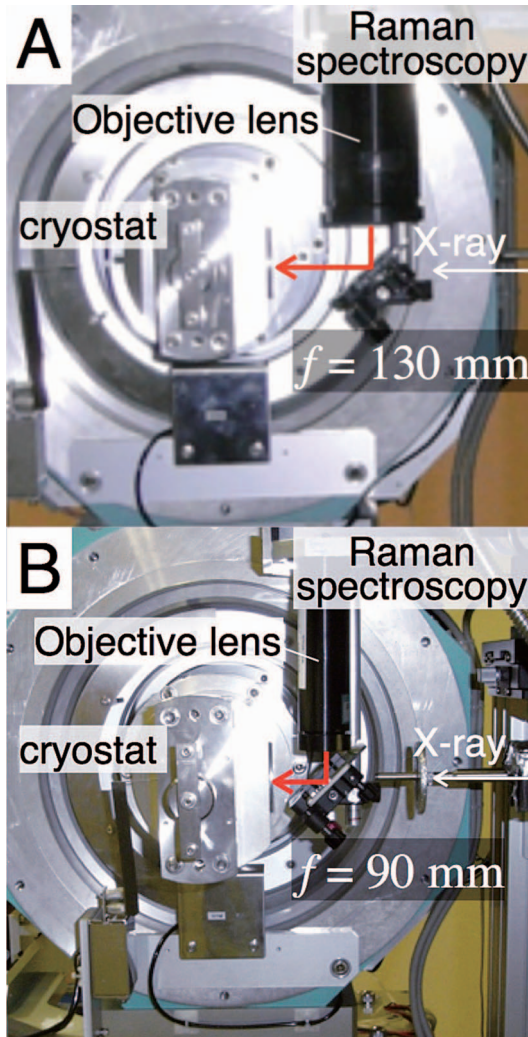


図2 低温高圧X線回折・ラマン散乱同時測定装置における長焦点対物レンズ  
(A) 改造前 [ $f = 130 \text{ mm}$ ] と (B) 改造後 [ $f = 90 \text{ mm}$ ]

マン散乱同時測定に対応することが可能になり、実験研究対象の大幅な拡大が行われた。

#### 4. 高圧X線回折・エネルギードメインメスbauer分光同時測定装置の開発

核モノクロメータを利用したエネルギー領域の放射光メスbauer分光とX線回折の複合同時測定装置の開発を東北大学（大谷栄治教授代表）と共同で進めている。地球深部を構成する鉄含有鉱物の結晶構造・弾性的特性と価数・スピン状態などの電子状態の相関研究の推進に大きく貢献することが期待される。同分光測定装置は、 $^{57}\text{Fe}$ の核共鳴エネルギー 14.4 keVで数meVのエネルギー分解能を持つ入れ子型チャンネルカット高分解能モノクロメータ (Si511-Si975)、neVオーダーの超単色X線の生成が可能な $^{57}\text{FeBO}_3$ 単結晶を利用した核モノクロメータ、ドップラー振動可能な速度トランスデューサー、及び試料からの共鳴散乱を検出するNaIシンチレーションカウンターから構成

されている。2011年度は、それら装置系と計測モジュールの導入を行い、設置・組み上げ作業が完了した（図3）。2012年度以降、同装置の実証試験を経て、利用研究に供する予定である。

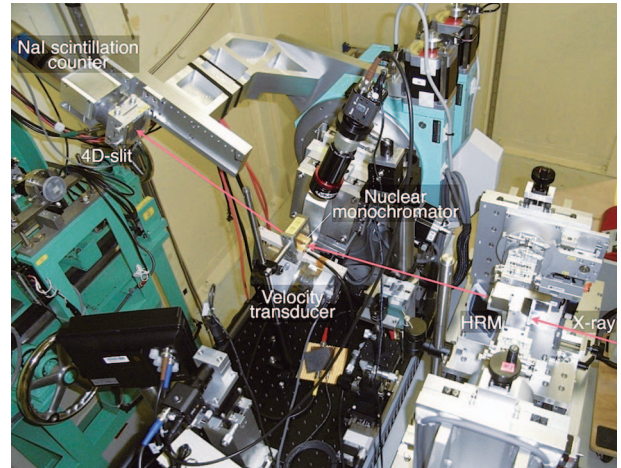


図3 BL10XU実験ハッチ1に設置された高圧実験用エネルギー領域放射光メスbauer分光装置。X線回折との複合同時測定実現のため、X線回折計よりも下流側に設置されている。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 極限構造チーム

大石 泰生、平尾 直久