

BL39XU 磁性材料

1. 概要

BL39XUは、主にX線吸収分光法（XAS）を中心に、その関連手法であるX線磁気円二色性（XMCD）、X線発光分光（XES）、および共鳴磁気散乱法を用いた利用研究に供されている。最近は、低温・強磁場・高圧といった複合環境下でのX線分光法や、集光X線ビームを用いた微小領域のXASやXMCDイメージング計測技術の開発を進めており、共同利用に展開している。2012年度は、複合環境X線分光ステーション（実験ハッチ1）では高速XESスペクトル計測システムを構築した。また、X線ナノ分光計測実験ステーション（実験ハッチ2）では最大磁場2.3 Tの電磁石を用いた磁気イメージングシステムの構築と、時間分解顕微XAFS測定システムの構築に向けた真空対応のバンチ同期X線チョッパーの開発・導入を進めた。本稿では、上記項目の概要を述べるとともに、BL39XUの2013年3月時点の状況を示す。

2. 複合環境X線分光ステーション

本ステーションでは、複合環境（低温/高温・強磁場・高圧）下での電子状態・磁気状態を観測するためのX線分光（XAS、XMCD、XES等）計測装置の開発を精力的に進めている。特に最近は、電子状態の微小な変化を明確に捉えるために、多様な試料環境に対応可能なXES計測法の構築を目指している。2012年度は、広受光立体角をも

つ球面湾曲アナライザー結晶を搭載したXES計測システムを整備した。特にXESスペクトルの入射エネルギー依存性（入射-発光エネルギー2Dマッピング）を高効率に計測するために、以下に述べるアナライザー結晶の角度掃引と位置敏感検出器を組み合わせた高速XESスペクトル計測システムを構築した^[1]。

球面湾曲アナライザー結晶を用いたX線分光器の制御には、「ローランドマウント方式」に従った「ステップスキャン法」が用いられる。この場合、計測エネルギー点ごとにアナライザー結晶や検出器の角度・位置調整を伴うため、精密多軸制御が必要となり、正味の計測時間以外に自動ステージの加減速や制御通信に時間を要する。このため、迅速なX線分光計測システムの開発が望まれている。XESスペクトルの測定エネルギー領域が数十eV程度の場合、アナライザー結晶のBragg角の移動量が小さくなるため、結晶の位置制御は回転軸のみでよく、また発光X線の検出位置はBragg角に対する一次関数により近似できる（擬ローランド方式）。そこで、アナライザー結晶の角度を一定速度で連続的に掃引しながら、適切な位置に固定した位置敏感検出器により発光X線強度を連続計測する「掃引スキャン法」を新たに開発した。これにより、特定の入射エネルギーに対するXESスペクトルの高速計測を実現した。図1に、ステップスキャン法と掃引スキャン法により計測したYb $L\alpha_{1,2}$ 線XESスペクトルの比較を示す。アナライ

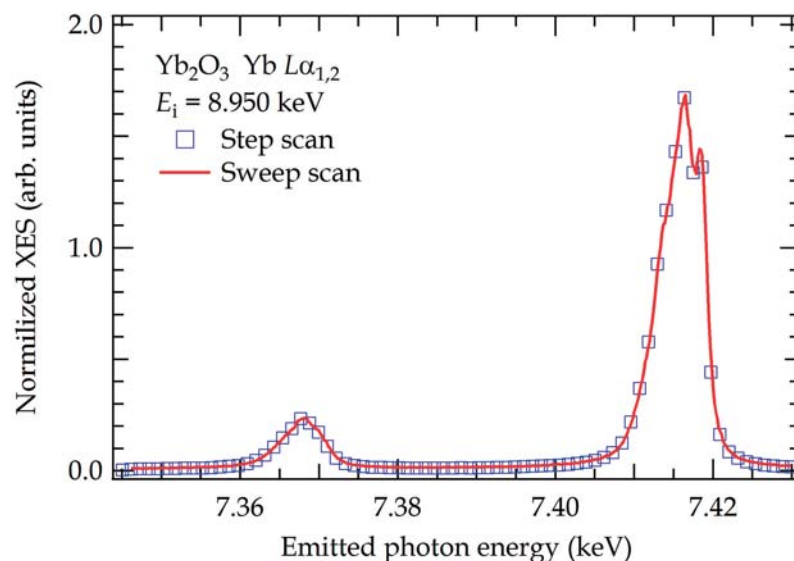


図1 ステップスキャン法（青四角）と掃引スキャン法（赤実線）により計測したYb $L\alpha_{1,2}$ 線XESスペクトル。試料：Yb₂O₃、入射エネルギー：8.950 keV。

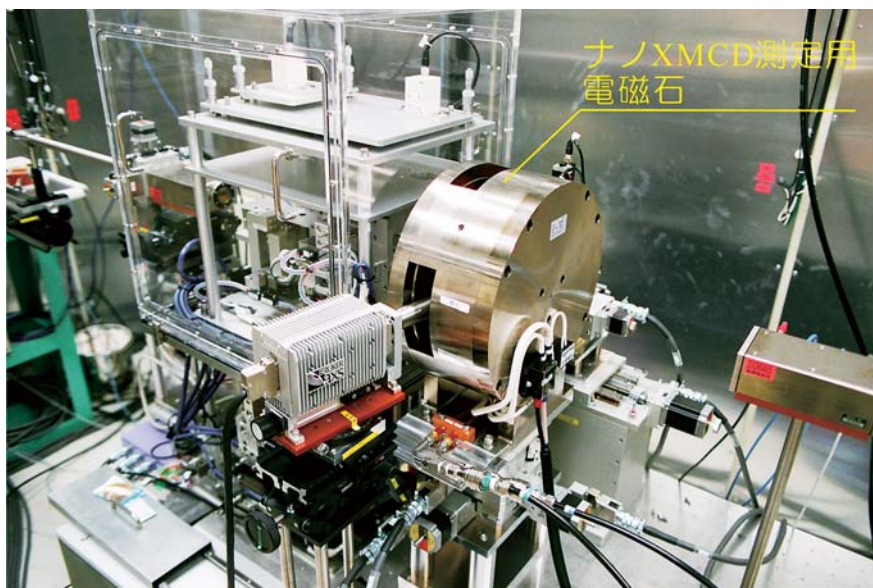


図2 X線ナノ分光計測ステーションに導入された電磁石（最大磁場：2.3 T）。広い蛍光X線取り出し窓をもつ。

ザー結晶にはSi (620)、位置敏感検出器にはDECTRIS製PILATUS 100Kを用いた。ステップスキャン法では、結晶角度の送りステップ：0.04 deg/step、積算時間：1 s/pointで計測し、1スペクトルの計測時間は600 sであった。

一方、掃引スキャン法では、結晶角度の掃引速度：0.05 deg/sで計測し、1スペクトルの計測時間は160 sであった。掃引スキャン法による計測では、計測時間が約1/4に短縮されたにも関わらず、より微細なスペクトル構造が十分な統計精度で計測できていることが分かる。掃引スキャン法を導入することにより、入射-発光エネルギー2Dマップの計測時間も、これまでBL39XUで行われていた分散型方式^[2]の約1/4になり、格段に高速化された。今後、XES計測の最適化を目指したプログラム開発、微弱な蛍光X線に対するスタディ、発光エネルギーに対する入射X線強度モニターの同期、ノイズ対策などの技術的課題を解決し、共同利用へ供用する計画である。

3. X線ナノ分光計測ステーション

2010年度に整備された本ステーションでは、Kirkpatrick and Baez (KB) 集光ミラーによる最高100 nmの空間分解能をもつ顕微XAFS/XMCD計測システムを運用している^[3, 4]。2011年5月の供用開始以来、サブミクロンサイズの触媒単粒子のXAFS測定や、相変化メモリデバイスのスイッチング前後における局所構造のXAFS解析、ビットパターン媒体のXMCD解析等がユーザーとの共同研究として進行中である。2012年度には、元素戦略磁石材料研究拠点プロジェクトの一環として、Nd-Fe-B焼結磁石の元素分布/組織構造と磁区構造の相関を蛍光X線およびXMCDイメージングにより解析する研究に着手した。

2012年度のナノ分光計測ステーションにおける装置開

発として、より高い磁場を発生できるナノXMCD測定用の電磁石を導入した（図2）。最大2.3 Tの磁場を試料に印加することが可能であり、これまで用いていた小型電磁石の最大磁場1.2 Tと比べて磁場強度が大幅に向上した。本電磁石の設計にあたっては、ミラーケースと試料間の限られたスペース（光軸方向70 mm）に設置可能で、かつ試料位置で2 T以上の磁場強度を発生するという条件が課せられた。スペースに余裕のある試料位置より下流側だけにコイルを有する非対称な磁気回路とし、磁極材料にパーメンジュールを使用することで、設計条件を満たすことができた。この電磁石を用いることで、高い保磁力をもつCoPt合金磁気ドットの単一素子解析や、Nd-Fe-B焼結磁石をはじめとするハード永久磁石材料の元素/磁区イメージングの適用範囲が大きく広がった。他の取り組みとしては、時間分解顕微XAFS測定システム構築の一環として、真空対応のバンチ同期X線チョッパーを開発し、光学ハッチへの導入を進めている。

参考文献

- [1] 河村直己, 他: 第26回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 名古屋大学, 2013年1月, 12P086.
- [2] SPring-8年報, 2011年度, pp. 82-84.
- [3] 鈴木基寛, 他: SPring-8利用者情報誌, **16** (2011) pp. 201-209.
- [4] M. Suzuki, *et al.*: *J. Phys.: Conf. Ser.* **430** (2013) 012017.

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

水牧 仁一朗