

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

高圧構造物性ステーションBL10XUは、短周期ハイブリッド型真空封止型アンジュレータを光源とし、高輝度・高エネルギーX線を利用したダイヤモンドアンビルセル(DAC) 高圧発生装置による高圧その場X線回折測定が可能なビームラインである。主な研究対象分野は、超高圧下における精密X線結晶構造解析を基盤手法とした高圧物性研究や物質材料研究、地球惑星科学研究である。2014年度においては、半期毎12～15件の一般課題と、長期利用課題や戦略的課題が実施された。

BL10XUでは、X線屈折レンズ集光光学系の継続的な技術開発と2013年度における液体窒素冷却型二結晶分光器への改造により、マイクロレベルの大強度・高エネルギーX線集光ビーム形成に成功し、それを利用した高圧下におけるマイクロX線回折測定が開始された。一方で、回折計のステージ強度不足からX線ビーム照射位置や試料位置の不安定性が問題になっていた。2014年度には、このような状況を改善し、ナノビームを利用した地

球惑星科学や高圧構造物性研究への研究展開のため、1) ナノビーム高圧X線回折用精密ステージシステムが構築された。また、2) 高速二次元フラットパネル検出器の整備を行った。次項で上記2点の高度化について詳細を記す。

2. ナノビーム高圧X線回折用精密ステージシステムの構築

X線ビーム照射位置および試料位置に関するサブマイクロレベルでの安定性・再現性を得るため、2014年度夏期点検調整期間に実験ハッチ2において、計測基盤整備として精密入射・回折計架台が新たに設計・導入された(図1(A))。300 GPaを超える超高圧実験において、試料サイズは5～20マイクロメートルとなるため、X線ビームや試料、加熱レーザービームの位置精度は、サブマイクロメートルと同程度の信頼性が要求される。しかしながら、1997年の供用開始以来、BL10XUにおいて長年使用されてきた従来の回折計では、近年X線ビームおよび試料位置の位置再現性の低下や所定位置での不安定性などステ

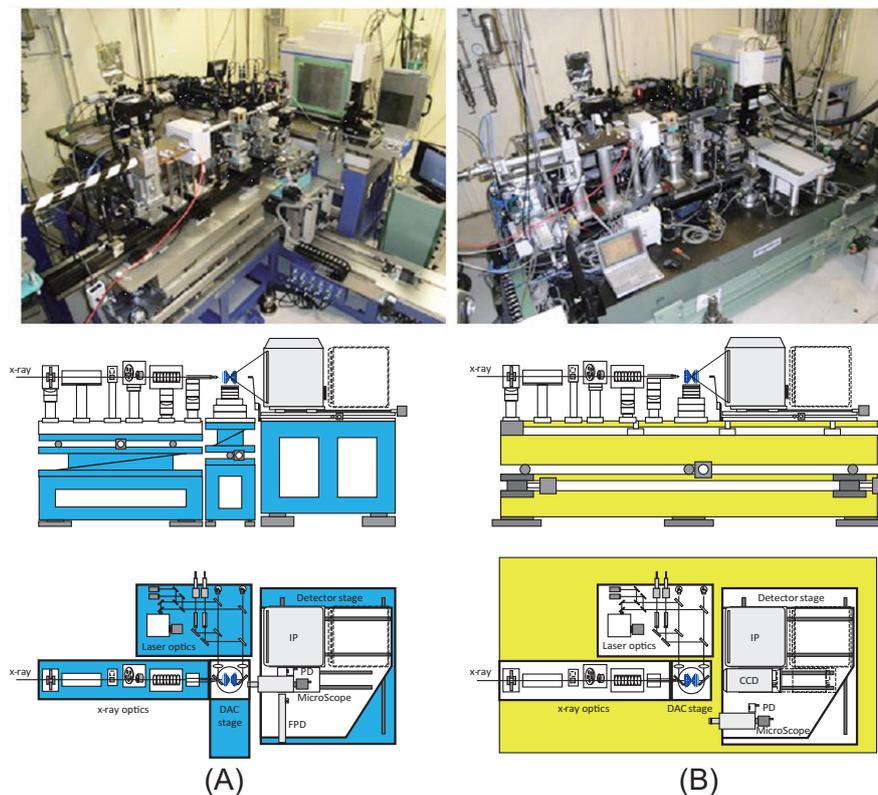


図1 (A) 実験ハッチ2に新規導入された分離型精密ステージシステムと (B) 従来の自動駆動型鉄製光学定盤。上は写真、下は概略図。

ージの剛性不足に起因する問題が露呈しており、要求精度を満たすことが難しくなっていた。従来、X線入射光学系（四象限スリット、イオンチャンバー、X線シャッター、X線屈折レンズ、ピンホールコリメータ）およびDACステージ、X線検出器（イメージングプレート（IP）検出器、X線CCD、顕微ラマン光学系）、レーザー加熱光学系の全てが自動駆動型鉄製光学定盤に一体配備されており（図1（B））、重量のあるX線検出器（特に150 kg超のIP検出器）の移動による重心位置の変化および歪みが回折計の精度に悪影響を与えていた。新規回折計では、各光学系・ステージを分離・独立にすることで、X線検出器ステージ移動に伴う歪みと振動を試料に伝達させない構造設計にされた（図1（A））。これにより、X線ビームの照射位置および試料位置に関して、サブミクロンレベルの再現性と安定した走行性能が確保されるようになり、X線マイクロビームによる安定したX線回折測定が可能となった。また、X線入射光学系およびレーザー加熱光学系架台を自動駆動型ステージ上に搭載させることにより、X線光軸に対する調整が短時間で効率的に実施可能となった。DAC用ステージは、高精度・高剛性・高耐荷重特性を有しており、多様な高圧実験アプリケーションに対応可能となっている。本システムの構築により、TPa（= 1000 GPa）領域を目指した超高圧発生実験や高温高圧状態での局所精密X線回折実験など、地球惑星科学分野における未解決問題への挑戦や高圧構造物性分野の更なる発展が期待される。なお、本高度化は、2014年度高度化研究開発案件として実施された。

3. 高速二次元フラットパネル検出器の整備

BL10XUでは、サブ秒での迅速X線回折測定を可能とするため、2014年度に高速二次元フラットパネルX線検出器を導入し、ビームラインでの利用を開始した（図2）。

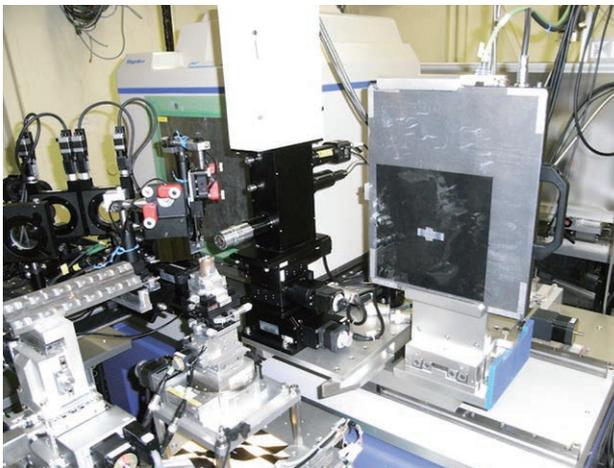


図2 実験ハッチ2に設置されたX線回折用高速二次元フラットパネル検出器

これまで、高温高圧X線回折データの迅速測定に対応するため2003年度にX線CCD検出器が導入され、利用されてきた。従来のX線CCD検出器では、実用的なデータ取得時間が秒オーダーであり、加熱レーザーを用いた超高温高圧一過性状態におけるX線回折データの取得に対応することが困難になってきており、よりX線検出器の高速化が不可欠になっていた。また、装置およびシステムの老朽化が深刻な状況になってきていた。新規高速X線検出器として、数十ミリ秒でのX線回折データや時系列データの取得が可能なアモルファスシリコンパネルのフラットパネルX線検出器が導入された。BL10XUでは、通常30 keV以上のX線エネルギーを利用したX線回折測定を行っているため、CsI蛍光体のシンチレータ計測方式が採用され、高エネルギー領域のX線を検出可能とした。上記精密ステージシステムの構築と高速X線検出器の整備による計測基盤システムにより、マイクロビームを利用した超高温・超高圧条件におけるミクロン領域・サブ秒時間スケールでのその場X線回折実験が可能となった。なお、本高度化は、パートナーユーザーである東京工業大学廣瀬教授らのグループの科研費特別推進研究費を一部投入し、JASRIとの共同で実施された。

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