

BL39XU 磁性材料

1. 概要

BL39XUは、X線吸収分光法 (XAS)、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、共同利用に展開している。2014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、低温・高圧下X線分光計測の効率改善のための冷凍機の改造と性能評価、および無冷媒型7 T超伝導磁石の導入を行った。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、高分解能ナノ集光ビームの強度向上のための二段階集光光学系の開発を行った。本稿では、上記項目の概要を述べるとともに、BL39XUの2015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。以下、2014年度に実施した内容について記す。

2-1 低温・高圧下X線分光計測の効率改善のための冷凍機の改造

2010年度にBL01B1に導入されたパルスチューブ型冷凍機は、温度3 Kに到達可能で、かつ試料位置での振動が小さく、数十 μm 程度の微小試料が必要とされる高圧・低温下でのX線分光測定に有用であるため、最近、BL39XUでの利用を開始している。しかし、測定以外に要する時間がオーバーヘッドとなり実験の効率を妨げていた。すなわち、(1) 圧力変更のたびに、ネジ固定方式の小型高圧セル (ダイヤモンド・アンビル・セル、以下DAC) を室温にして冷凍機から取り外す必要があるため、冷凍機の温調 (低温 \rightarrow 室温 \rightarrow 低温) に7~8時間を要する。(2) 試料やDAC交換の際に、シールド部を室温付近まで温度上昇させるのに5時間以上費やす (試料位置の温度は1時間程度で室温まで上昇)。これら2つの問題点を克服し、測定効率を改善するため、パルスチューブ冷凍機に対して(1)最大3個の小型DACを搭載可能なホルダー・シールド・シールドの製作、(2) シールド部へのヒーターおよび温度センサーの取り付けを行った。

図1に、3個の小型DACを搭載した際の冷却過程における試料位置温度の時間変化を示す。シールドにスーパー・インシュレーションを巻き付けて遮光することで、最低温度3 Kを達成した。冷却に要する時間は約2.5時間である。実際の運用では、ルビー蛍光法による圧力測定のためシールド窓の一部に穴を開けた状態となり、冷却効率が若干低下するが、その場合でも4 Kまでの冷却を達成している。この結果、3個の小型DACを用いて4~300 Kでの測定が可能となった。図2は、昇温過程におけるコールドヘッドおよびシールド位置での温度の時間変化を示している。シールド部のヒーターがない場合には、シールドが室温に到達するまで20時間以上を要する。一方で、新しく取り付けられたヒーターを用いることにより1.6時間で室温に昇温できる。以上の整備によって、3個の小型DACを用いることで、3つの異なる圧力点の測定、あるいは異なる試料の測定が一回の冷却で可能となる。従来の1個のDACを用いる場合と比べて2個分の温調時間 (16時間以上) が短縮され、測定効率の格段の向上が期待できる。

また、高圧実験用の集光ミラーによって形成したマイクロビーム (垂直2 μm \times 水平9 μm) を使い、冷凍機の振動を測定した。垂直方向の振動振幅は4~300 Kにおいて4 μm で温度によらずほぼ一定であり、水平方向の

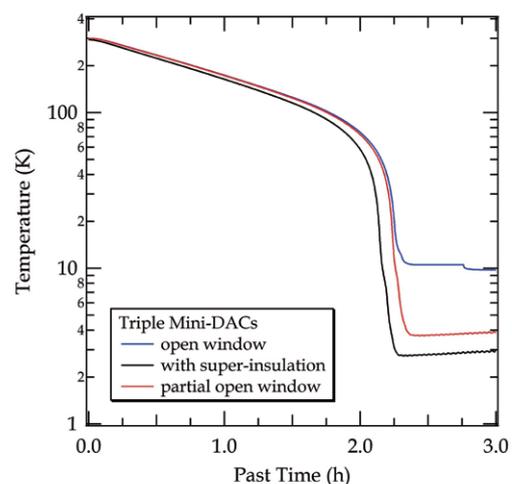


図1 パルスチューブ型冷凍機に3個の小型DACを搭載した場合の、冷却過程における試料位置温度の時間変化の様子。シールドをスーパー・インシュレーションで完全に覆った場合 (黒)、DAC窓位置の3箇所穴が開いている場合 (赤)、全く覆っていない場合 (青) での比較。

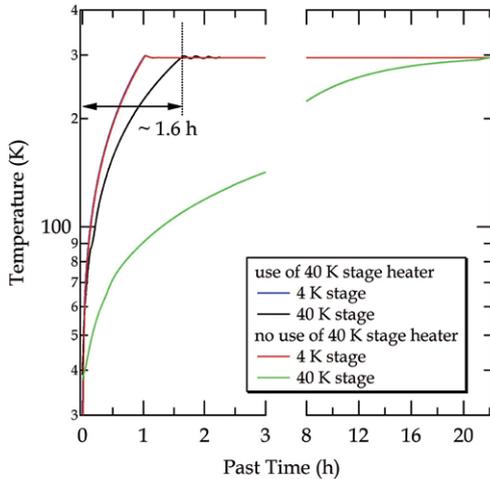


図2 冷凍機の昇温過程におけるコールドヘッド位置（4 K stage）とシールド位置（40 K stage）での温度の時間変化の様子。新規に取り付けたシールド部のヒーターの有無での比較。

振幅は4 Kで13 μm 、300 Kで5 μm であった。振動の周波数は、垂直、水平方向とも1.3 Hzであった。低温で水平方向の振動が増大する原因は不明だが、冷媒であるヘリウムガスの温度変化によってその流れが一様でなくなるのが一因と考えられる。

2-2 無冷媒型7 T超伝導磁石の新規導入

2014年3月末に、既存の10 T超伝導磁石（2000年4月納品）の液体ヘリウム槽からの低温での真空漏れが発覚した。修理を検討したものの業者より修理不能と判断されたため、新規に無冷媒型の7 T超伝導磁石（オックスフォード社製SpectromagPT）の導入を決定した。液体ヘリウムを用いないため、実験スケジュールの自由度が高いことや、冷媒の供給事情に左右されないなどの利点がある。また、パルスチューブ型冷凍機を採用しているため、低振動である（10 T超伝導磁石では水平方向に約30 μm の振動）。唯一の問題点は励磁速度が遅いことである。従来の超伝導磁石では1 T/minで磁場を増減で

きていたが、無冷媒型ではスペック上0.117 T/minとなっている。性能評価は2015A期に実施予定である。

3. X線ナノ分光計測ステーション

本ステーションでは、サブミクロンサイズのX線ビームによる顕微XAFS、顕微XMCD、および微小領域の磁気観察が共同利用に提供されている。KBミラーによる最小の集光ビームサイズは100 nmであり、この集光スポット中に 10^9 photons/s台後半の光子数が得られている。今後より高度な測定を実現するためには、集光サイズを維持したまま光子数の増強が必要である。そこで、既存のKBミラーの前段に有機素材のX線屈折レンズ（KIT製）を配置した二段階集光光学系を構築することで、集光効率および集光光子数の向上を試みた。屈折レンズおよび仮想光源スリットは、第一実験ハッチ内、光源から46.5 m、および50.5 mの位置にそれぞれ設置した。仮想光源スリットの開口は水平12 μm ×垂直4.8 μm とし、光学系の縮小比から100 nm×100 nmの集光ビームサイズを形成できる開口値とした。X線エネルギーは、屈折レンズに最適化された12.2 keVを用いた。

ナイフエッジスキャンで測定した集光ビームの形状を図3に示す。水平方向の集光ビームは対称的な形状を示し、半値幅は130 nmであった。一方、垂直方向は最も細い部分の半値幅は120 nmに絞れているものの、ビーム形状は非対称であり、半値幅で600 nm程度の裾野が重畳している。KBミラーの入射角を調整しても、この非対称な形状は改善されなかった。集光ビーム中に得られる光子数は 6×10^{10} photons/sであり、既存のKBミラーのみを用いた100 nm集光と比べて、5倍以上向上している。垂直方向の集光ビーム形状を改善し、裾野を除去する条件を確立することが今後の課題である。

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、水牧 仁一朗

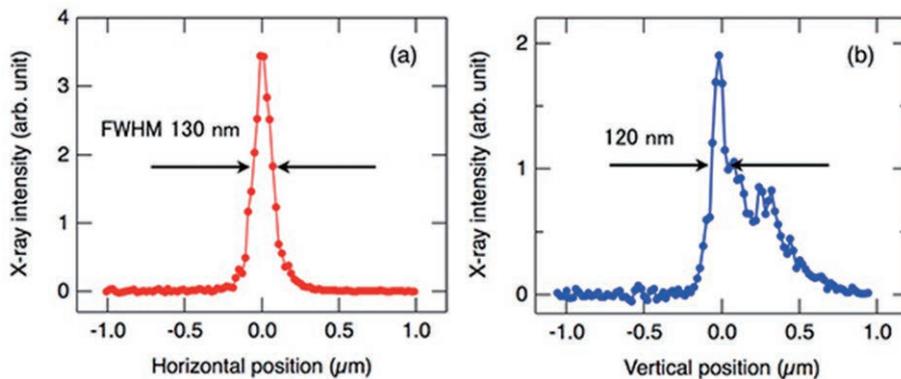


図3 二段階集光光学系によって形成された、集光X線ビームの形状。(a) 水平方向、(b) 垂直方向のプロファイル。