

BL04B1 高温高压

1. 概要

BL04B1は偏向電磁石を光源としたビームラインで、主として白色X線を用いた高温高压条件下のX線回折実験とX線ラジオグラフィ実験に使用されている。光源は偏向電磁石から発生する白色X線を実験ハッチ（区分上は光学ハッチ）にそのまま導入しており、広いエネルギー範囲の放射光X線をそのまま利用可能である。また、小型のSi(111)二結晶分光器も備えており、30～60 keVの単色X線を利用したX線回折実験やX線ラジオグラフィ実験も可能である。2つの実験ハッチにそれぞれSPEED-1500 川井型高压発生装置（DIA型プレス、光学ハッチ2）とSPEED-Mk II D 川井型高压発生装置（D-DIA型プレス、光学ハッチ3）が設置されており、SPEED-Mk II Dでは焼結ダイヤモンドアンビルを使用した30 GPa以上の超高压実験の他に、D-RAMを使用した高压変形実験も行える。

2015年度は、単色X線用小型ビームモニターの開発、Ge-SSDエネルギー校正用チェックソースの導入、SPEED-Mk II用新型アンビルベースの開発を行った。

2. BL04B1の利用状況

2015A期2015B期併せて27課題が実施された。採択率は、2015A期、2015B期の平均として73%であった。重点課題としては、愛媛大学のPU課題『大容量高压装置を活用した地球および関連物質の高温高压物性研究の推進』が実施された。実験装置別の課題数の割合は、SPEED-1500 川井型高压発生装置が42%、SPEED-Mk II 川井型高压発生装置が27%、SPEED-Mk II 川井型高压発生装置のうちD-DIA変形機構を使用するものが31%となっている（図1）。

3. 単色X線用小型ビームモニター

光学ハッチ3に設置されている大型CCD検出器の前面に小型のビームモニターを開発・設置し、X線ラジオグラフィの観察と2次元X線回折パターンの同時取得を可能とした。

近年、SPEED-Mk IIのD-RAM変形機構を利用した高温高压下の変形実験が盛んに行われている。変形実験では、試料の応力と歪を同時測定する必要があり、試料の応力を測定するための2次元X線回折パターンと試料歪を測定するためのX線ラジオグラフィ像を同時取得する必要がある。これまで、SPEED-Mk IIの直後に設置した拡大光学系ビームモニター（詳細は2012年度年報）を使用して、X線ラジオグラフィ像を取得していたが、大型CCD検出器を使用する際は、ビームモニターを退避する必要があり、また退避には数分を要するため、同時測定は不可能であった。

本ビームモニターは、大型CCD検出器前部に設置するために、できる限り小型化し、さらに軽元素のアルミニウムで構造体を構成し、できる限り肉抜きすることで、X線回折像を遮る部分を最小化している。カメラ本体には高感度かつ高速撮影が可能なORCA FLASH4.0 v2を使用し、X線回折線及び機械的干渉の少ない大型CCD検出器の側面に設置した（図2）。上記の設置上の制約から、長動作距離で高効率の光学系を独自に設計した。光学設計及び鏡筒の作成はニコンエンジニアリング（株）が担当し、架台設計・制作は神津精機（株）が担当した。X線を可視光に変換する蛍光板には高エネルギーX線において発光効率の良いGAGG蛍光体を採用した。可視光は蛍光板の直後に配置したSiO₂ガラス製のプリズムによって90°光路を曲げられ、集光レンズによって平行光化する。

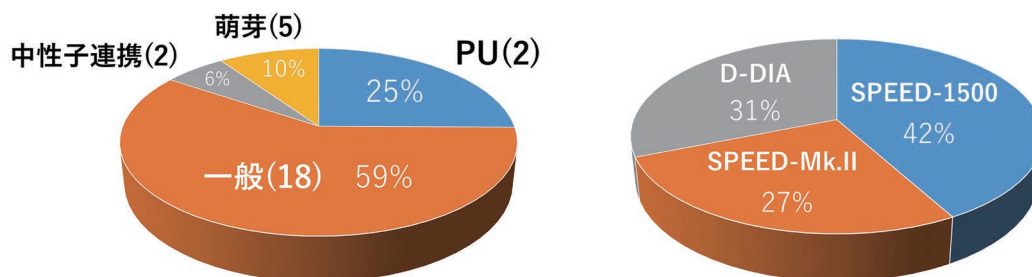


図1 全課題に対する研究課題数の割合（左）、各装置の課題数の割合（右）

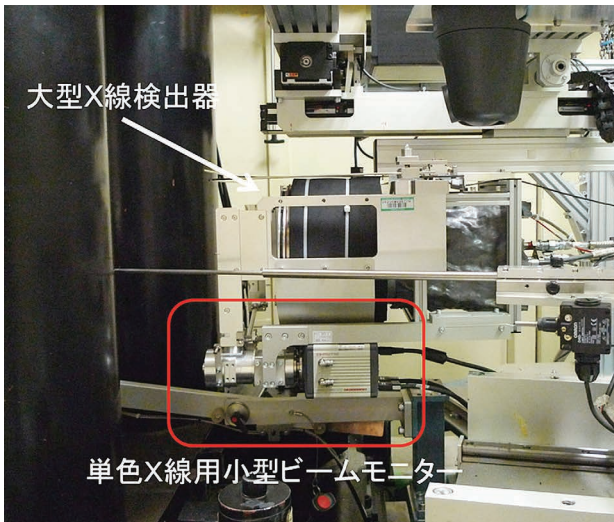


図2 単色X線用小型ビームモニターの設置状況

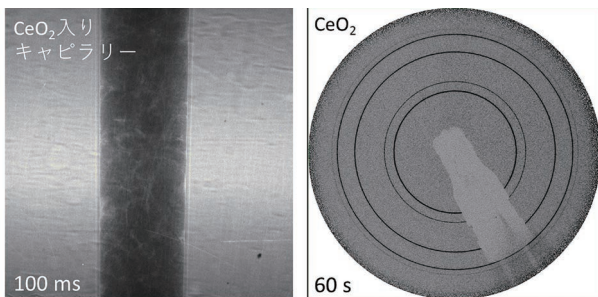


図3 本ビームモニターによるX線ラジオグラフィ像(左)、X線回折像(右)(E = 50 keV)

大型CCD検出器の縁部分に設置した2枚目のSiO₂ガラス製のプリズムから結像系レンズを介してカメラに結像している。集光レンズを導入することで、小型であっても高効率での集光を実現しており、従来の大口径レンズに匹敵する明るさと分解能を実現している(図3)。

4. Ge-SSDのエネルギー校正用RIの導入

エネルギー分散型X線回折測定に使用しているGe-SSDは印加電圧の変動や経時によってSSDのchとエネルギーの変換係数が変化する。そのため、実験毎または約1週間ごとにエネルギー校正を行う必要がある。従来は金属箔(Cu、Mo、Ag、Ta、Pt、Au、Pb)の蛍光X線を利用してきたが、校正可能なエネルギー範囲が狭く(8～75 keV)、校正精度が不十分であった。そこで、新たにエネルギー校正用のチェックソース(⁵⁵Fe、⁵⁷Co、¹³³Ba)をBL04B1に導入した。これにより、広いエネルギー範囲(6～137 keV)でエネルギー校正が可能となった。さらに、本手法は放射光X線が不要であり、大型プレスの使用中でも、校正作業が可能である。高頻度の校正作業が可能となり、高圧実験中のGe-SSD関連機器のトラブルが生じても校正及び実験の再開が可能となる。

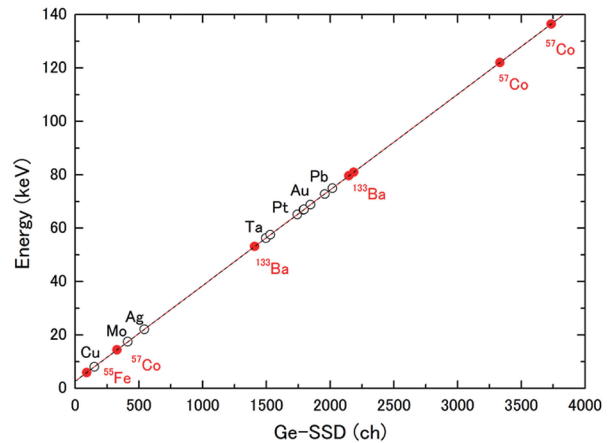


図4 Ge-SSDのエネルギー校正曲線(白抜き:金属箔の蛍光X線、赤丸:チェックソース)

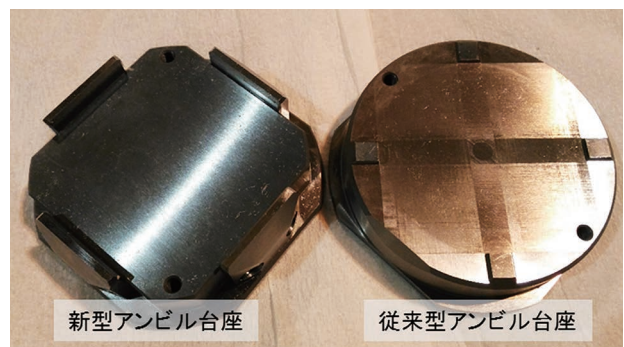


図5 従来型と新型のアンビル台座の外観

5. SPEED-Mk II用新型アンビル台座の開発

SPEED-Mk IIでは焼結ダイヤモンドアンビルを使用した超高压発生や変形実験が行われており、1段目アンビルには高負荷に耐える超硬合金製のアンビルを使用しているが、台座の形状や変形に起因する第一段目アンビルの割れが頻発していた。そこで、従来型アンビルの位置固定用の爪状の突起を廃して、側面支持のアンビル台座を新規に開発した。本開発により、高額な第一段目アンビルの破壊頻度を減らせると期待される。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 極限構造チーム

肥後 祐司、丹下 慶範