

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

高圧構造物性ステーションBL10XUは、短周期型真空封止ハイブリッドアンジュレータを光源とした高輝度な高エネルギー単色X線を利用した高圧極限環境その場X線回折測定が実施可能なビームラインである。主な研究対象分野は、高圧物性、物質材料および地球惑星深部科学である。ダイヤモンドアンビルセル高圧発生装置(DAC)と粉末X線回折法を組み合わせた研究手法により、数百万気圧に至る圧力領域での精密結晶構造解析が可能である。2015年度においては、半期毎に12件の一般課題・萌芽的研究支援課題および長期利用課題2件、戦略的課題1件が実施された。

BL10XUでは、実験ハッチ1における極低温高圧X線回折測定のため、これまでX線入射光学系や冷凍機搭載可能な回折計、X線回折用イメージングプレート検出器、圧力測定用オンラインラマン分光装置などの計測基盤機器が整備されてきた。最近、極低温下における数百万気圧領域での超高压実験や低温高圧状態での構造相転移カイネティクス研究などが開始され、迅速なX線回折測定が要求されてきている。2015年度は、このような要求に対応し、高圧構造物性研究を推し進めるため、実験ハッチ1における高速二次元検出器の導入および検出器切り替え用精密ステージシステムの整備が実施された。また、実験ハッチ2では、X線ナノビーム走査によるX線回折測定に向けた高性能化が行われた。次項で上記2点について詳細を記す。

2. 高速二次元フラットパネル検出器および検出器切り替え用精密ステージシステムの整備

BL10XUでは、低温高圧迅速X線回折測定を可能とするため、高速二次元フラットパネルX線検出器を実験ハッチ1に導入し、ビームラインでの運用を開始した(図

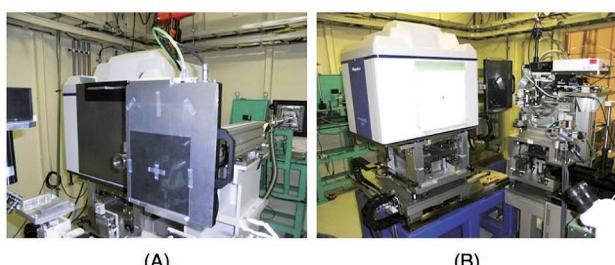


図1 (A) 実験ハッチ1に新規導入されたX線回折用高速フラットパネル検出器と(B)検出器切り替え用精密架台ステージ。

1)。既存のイメージングプレート検出器と新規フラットパネル検出器を切り替えて利用するため、精密ステージを搭載した架台が整備された。同機種のフラットパネル検出器が、2014年度に高温高圧X線回折測定のため実験ハッチ2に整備されており、その運用実績とソフトウェアの共通化、利用者への利便性提供を考慮し、同機種が導入された。これまで、実験ハッチ1においては、主に低温高圧下での精密結晶構造解析のため、イメージングプレート検出器のみで運用されてきた。しかしながら、最近、極低温実験においても数十ミクロンサイズの極微小試料に対する局所領域分析が増加し、X線ビームを用いた二次元走査によるX線と試料位置の迅速な決定方法が要求されていた。また、低温高圧下における圧力・温度誘起の構造相転移のカイネティクス解明に向けた実験的研究も開始されており、サブ秒領域でのX線回折測定が可能な検出器が求められていた。整備された高速X線検出器は、CsI蛍光体によるシンチレータ計測方式を採用することで、典型的な30 keV以上の高エネルギー単色X線回折測定を可能とし、最大25 Hzのデータレートで取り込める。高速X線検出器の整備と検出器用精密ステージシステムの構築により、実験ハッチ1での計測基盤システムが確立し、極低温・超高压領域における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、本高性能化は、長期利用課題ユーザーである大阪大学清水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。

3. X線ナノビーム走査によるX線回折測定に向けた研究

BL10XUでは、多段式X線屈折レンズ(XCRL)による超高压X線回折実験用ナノビーム集光に向けた研究を継続的に行っている。2014年度に実験ハッチ2において構築された精密ステージシステムを利用した新たな微小集光X線ビーム走査技術を考案し、基礎研究を進めた。複雑で精密なレーザー加熱システムと組み合わせた高温高圧X線回折測定では、測定対象の試料位置と共に加熱レーザーを同期させ走査することは極めて難しい。そのため、高空間分解能を持つ集光X線プローブを走査制御することが、高温高圧状態での試料の局所分析やX線回折イメージングへの研究展開への鍵となる。BL10XUでは実験ハッチ2におけるXCRLを利用した集光ビーム形成

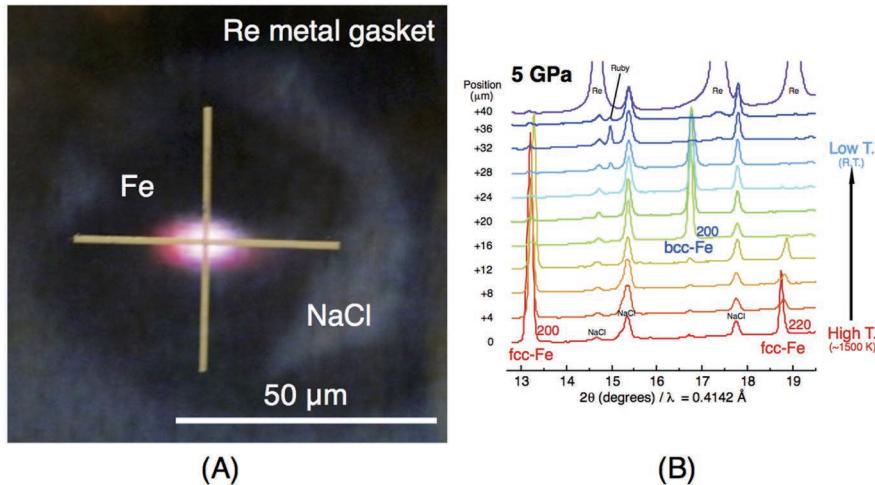


図2 (A) ダイヤモンドアンビルセル中に封入された鉄が近赤外線レーザーにより加熱されている顕微鏡写真。NaClはレーザー加熱のための断熱材。(B) 圧力5 GPaにおいて取得された鉄のX線回折パターン。集光X線ビームが走査され、温度1500 Kから室温に至る温度領域に対応する鉄の安定相が観測された。

のため、実験ハッチ1に空間フィルター（仮想光源）を配置し、さらにその前段にX線スループットを増大させるためのXCRLを設置している。この方式では、X線の基本光軸に直交する面内で、実験ハッチ2の試料直前に設置されたXCRLを基本光軸からずらした分だけ集光点を移動させることができとなる。集光ビーム走査制御の実証試験が、X線エネルギー30 keVで水平・鉛直方向に半値幅約2ミクロンの集光X線ビームに対して実施された。空間フィルターおよび前段XCRLの光学配置を固定し、実験ハッチ2設置のXCRLおよびX線ビーム用クリーンアップピンホールを含む入射X線光学系全体を自動精密駆動ステージで位置制御することにより、X線集光点の面内位置制御が可能であることが確認できた。走査型X線回折試験として、レーザー加熱を用いた高温高圧下における鉄のX線その場観察を実施した。10ミクロン径の近赤外線レーザーを試料に照射した状態で、2ミクロンのX線集光ビームを加熱中心から4ミクロン毎に走査しX線回折パターンを取得した（図2）。その結果、レーザー照射による加熱スポットに応じた領域で、鉄の高温fcc相および低温bcc相が観測され、構造相転移している様子が確認された。このことより、X線集光ビームが走査型プローブとして精密制御が可能であり、新しい走査型X線回折イメージングへの発展が期待される。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 極限構造チーム
平尾 直久、河口 沙織、大石 泰生