

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、100 nm集光X線ビームを用いた走査型顕微XAS・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。2015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、XES測定のエネギー分散型スペクトルの高エネルギー分解能化と、高エネルギー領域への拡張を目指し、二次元検出器PiXirad-2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、100 nmビームの高フラックス化を目指したKB集光ミラーの高真空化と、ミラー配置の最適化を行った。

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。2015年度は、XES測定に対して、エネルギー分散型スペクトルの高エネルギー分解能化と、10 keV以上の高エネルギー領域への拡張を目指し、CdTe型二次元検出器PiXirad-2^[1]の導入を行った。

BL39XUにおけるXES測定では二種類のスペクトル計測方法を採用している。一つは、円筒面湾曲型のアナライザ結晶を用い二次元検出器によって発光スペクトルの全体像を取得する方法(Dispersive-XES)である^[2]。もう一つは、球面湾曲型アナライザ結晶を用い、結晶の角度と検出器の位置を移動させながらスペクトルを取得する方法(Scan-XES)である^[3]。Dispersive-XESでは、発光スペクトルのエネルギー分解能は、分光結晶と検出器の空間分解能でほぼ決まる。アナライザ結晶のエネルギー分解能は $\Delta E < 0.2$ eVである。一方、従来用いていたPILATUS検出器^[4]の空間分解能は172 μm であり、これは約0.3 eVに相当する。したがって、計測システムのエネルギー分解能は、PILATUSにより律速されていたことになる。新たに導入したPiXirad-2の空間分解能は ~ 60 μm であり、これは0.1 eV程度のエネルギー分解能に相当するため、システム全体のエネルギー分解能を0.2 eV以下に向上することが期待できる。図1

に、PILATUSとPiXirad-2を用いて計測したXESの比較を示す。PiXirad-2により得られたデータは、PILATUSの計測点を補間しており(図1挿入図参照)、より高いエネルギー分解能をもつ計測が実現されていることが示された。一方で、PiXirad-2には以下の問題点があることが明らかになった。まず、図1において、発光エネルギー $E_e = 7.4017$ keVの位置に不連続点が見られる。これは、PiXirad-2を構成する2つの検出モジュール間の隙間(幅: 200 μm)にX線が入射することにより生じたものである。今後、不連続データ点に対する補正を検討する。また、各データ点の強度のばらつきがPILATUSに比べ大きい。これは、PiXirad-2の各ピクセルの感度ムラがPILATUSよりも大きいことに起因する。今後、均一強度分布X線の一様照射実験を行い、各ピクセルに対する感度ムラ補正を行う計画である。

PiXirad-2検出器は、PILATUSと同様に検出エネルギーの下限閾値($E_{\text{threshold}}$)を設定することにより、 $E_{\text{threshold}}$ 以上のエネルギーの入射X線のみを検出することができる。PILATUSと異なり、カウンターを2チャンネル有しているため、1回の撮像で2つの $E_{\text{threshold}}$ に対する画像を取得することができる(2-colorモード)。この特長を利用することで、例えばアナライザ結晶からの444反射と555反射が重畳するような場合に、1回の

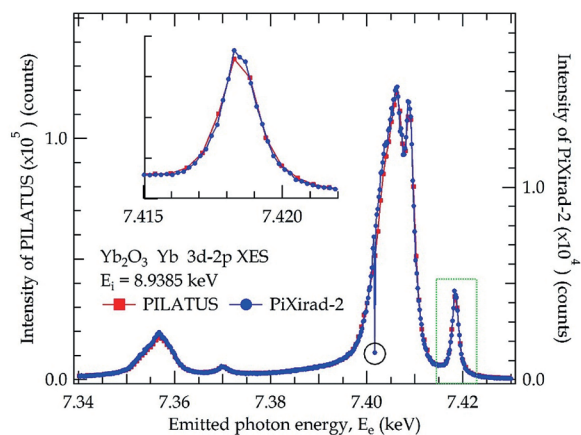


図1 PILATUS(赤四角)とPiXirad-2検出器(青丸)によるXESスペクトルの比較。Yb₂O₃粉末試料に対するYb L α (3d \rightarrow 2p)線に対する結果。使用したアナライザ結晶はInSb 444円筒面湾曲結晶で、Dispersive-XES法によって取得した。左上の挿入図は、緑色の四角の点線で囲まれた領域を拡大したものを示している。

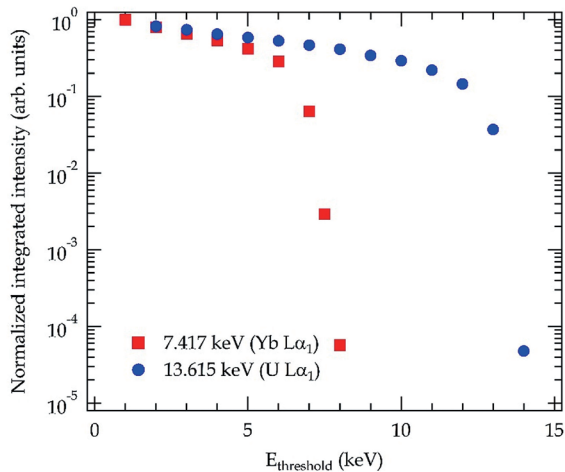


図2 PiXirad-2検出器のX線エネルギー閾値 ($E_{\text{threshold}}$) の設定値に対する強度変化の様子。7.417 keV (Yb $L\alpha_1$ 線, 赤四角) と13.615 keV (U $L\alpha_1$ 線, 青丸) の結果が示されている。アナライザー結晶には球面湾曲結晶を用いた。強度は $E_{\text{threshold}} = 1$ keV の値で規格化している。

撮像でPILATUSでは低いエネルギーである444反射のみ落とすことができていたが、PiXirad-2の2-colorモードを利用し、 $E_{\text{threshold}}$ の一方を444反射よりも低エネルギーに、もう一方を444反射と555反射の間のエネルギーに設定し、両者の差を取ることで555反射落とすことが可能となる。この2-colorモードの利用に際し、 $E_{\text{threshold}}$ の精度を確認するために、代表的な2種類の蛍光X線 (Yb $L\alpha_1$ 線: 7.417 keV および U $L\alpha_1$ 線: 13.615 keV) の $E_{\text{threshold}}$ の設定値に対する出力強度の変化を調べた。測定には、エネルギー一定のX線を検出器に入射させるために、Scan-XES方式を利用し、強度計測には1種類の $E_{\text{threshold}}$ を設定する1-colorモードを利用した。その結果を図2に示す。この結果からX線エネルギーと $E_{\text{threshold}}$ の設定値がよい一致を示しており、PiXirad-2では ± 1 keVの精度でX線の切り出しが可能であると評価できた。今後、1つのアナライザー結晶で複数の反射面が重畳するような測定条件 (例えば、Gd $L\alpha$ 線: 6.021 ~ 6.053 keV (Si 333) + Cu $K\alpha$ 線: 8.028 ~ 8.048 keV (Si 444)) において、2-colorモードを利用したXES測定を行い、高エネルギー成分の切り落としの評価を行う計画である。

3. X線ナノ分光計測ステーション

本ステーションでは、ナノビーム走査型の顕微XAFS/XMCD計測および時間分解顕微XAFS測定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。特に時分割測定などの利用実験では、より強度の高い100 nmビームの要望がある。また、Heチェンバー内でのX線照

射によりミラー表面に汚染が生じ、半年から1年の使用でミラーの反射率が低下し、集光ビームサイズも増大するという問題があった。そこで、100 nmビームの高フラックス化と、X線照射によるミラー表面の汚染低減のため、KBミラーチェンバーの真空化とミラー配置の最適化を光源・光学系部門の主導の下行った。

KBミラーチェンバーは超高真空対応とし、主排気ポンプにイオンポンプを採用することにより、排気系による振動をゼロとした。排気試験では 10^{-6} Pa 台の真空度が得られた。また、水平・垂直方向の集光ミラーの配置の最適化を併せて行った。従来は、垂直方向の集光を行うミラー (焦点距離460 mm) を上流側、水平方向の集光ミラー (焦点距離200 mm) を下流側に配置していたが、これら二枚の配置を入れ替え、上流側に水平方向、下流側に垂直方向のミラーとした。これによって、垂直方向の縮小率をより高くできるため、仮想光源を用いずに光源点の直接投影によって100 nmの集光ビームの形成が可能となる。水平方向は従来通り分光器下流のスリットを仮想光源として用いる。計算によれば $100 \times 100 \text{ nm}^2$ の集光ビームの強度が20倍以上向上することが期待される。2016年度中に、本ミラー装置の性能評価を行った後、利用実験へ提供する。

参考文献

- [1] PiXirad 検出器については、<http://www.pixirad.com/> を参照。
- [2] J. Hoszowska, et al.: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. A* **376**, (1996) 129.
- [3] J.-P. Rueff and A. Shukla: *Rev. Mod. Phys.* **82** (2010) 847.
- [4] H. Toyokawa, et al.: *AIP Conf. Proc.* **879** (2007) 1141.

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