

BL04B1 高温高圧

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線を用いた高温高圧条件下のエネルギー分散型のX線回折測定とX線ラジオグラフィ観察に使用されている。偏向電磁石を光源とする放射光を実験ハッチ（区分上は光学ハッチ）にそのまま導入しており、幅広いエネルギー範囲を持つ白色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線を利用した角度分散型のX線回折測定やX線ラジオグラフィ観察も可能である。

ビームラインには2つの実験ハッチが直列に設置され、それぞれのハッチに最大荷重1500トンの大型プレスを有している。X線の上流側から、SPEED-1500 川井型高圧発生装置（DIA型プレス、光学ハッチ2）とSPEED-Mk.II 川井型高圧発生装置（D-DIA型プレス、光学ハッチ3）が設置されており、SPEED-Mk.IIでは焼結ダイヤモンドアンビルを使用した30 GPa以上の高圧高温実験の他に、D-RAM（メインラムとは独立して可動する差動ラム）を使用した高圧変形実験を行うことも可能である。

2016年度は高度化として、単色X線用の I_0 モニターの整備、SPEED-Mk.II ステージ制御用PLCの改修及び制御用ソフトウェアの開発を行った。また今年度はGe-SSDのBe窓の破損、油圧ポンプの漏電や実験ハッチ内の過電流等、ユーザー操作に起因するトラブルも相次いだため、これらのリスクを低減するための対策も行った。

2. BL04B1の利用状況

2016A期2016B期併せて29課題（含1年課題）が実施された。採択率は、2016A期、2016B期の平均として80%であった。重点課題としては、愛媛大学のPU課題『大容量高圧装置を活用した地球および関連物質の高温高圧物性研究の推進』が実施された。2016期は従来メインストリームであった地球惑星科学分野の研究課題に加えて、電池材料や合金の高圧相転移など物質材料科学分野の研究テーマが新規に実施されており、大容量プレスを用いた高圧研究の新分野への展開がみられた。

3. 単色X線用 I_0 モニター

BL04B1では2007年度の小型分光器導入以降、30 keV以上の高エネルギー単色X線を利用した2次元X線回折測定やX線吸収イメージ観察技術の高度化に取り組んで

きた。その結果、高圧鉱物の変形機構や粒成長に関して多くの重要な研究成果が生み出されてきたが、分光器が小型かつ簡易的な機構であるため、長時間の実験やエネルギー変更の際にしばしばフラックスの低下がみられた。そのため測定中の正確な I_0 計測が求められていたものの、既設の小型イオンチャンバーと電離ガスに空気を用いたシステムでは定量性が乏しかった。そこで2016年度新たに大型のイオンチャンバーとガス流下装置を整備し、高圧実験中の入射X線フラックスの常時定量計測を可能にした。

イオンチャンバーは応用光研工業社のS-1194C1を使用し、電流アンプにはFEMTO Messtechnik社のサブフェムトアンペア電流アンプDHPKA-300を使用し、電離ガスにはArガスを採用した（図1）。

高エネルギーX線のフラックス測定の定量性を検証するために、X線のエネルギーは60 keVに固定して印加電圧、ガス流量、X線減衰量を変化させて電流値を測定した。電流値は100 Vで飽和に達し、1000 Vまでほぼ変化しなかった。ガス流量も25～100 cc/minの間で出力電流に変化なく、これらの擾乱に対して高い定量性を持つことが分かった（図2）。



図1 単色X線用イオンチャンバーの設置状況

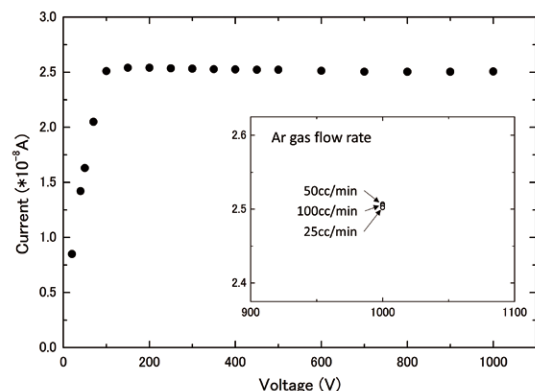


図2 印加電圧及びガス流量と電流値の関係

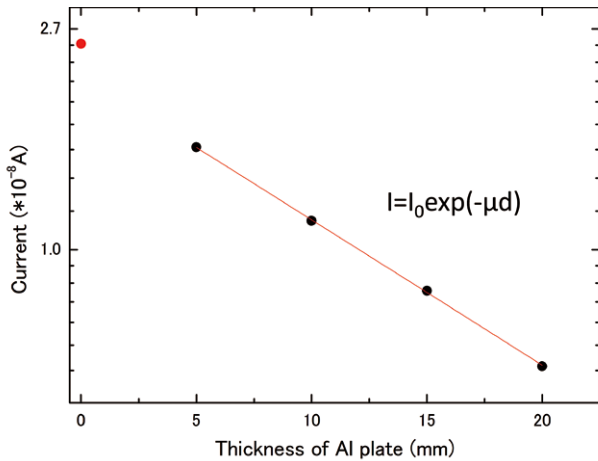


図3 X線フラックス (Al板厚) と電流値の関係

また、厚みの異なる4種類のAl板を用いてX線を減衰させ、X線フラックス変化に伴う、電流値の直線性を検証した(図3)。その結果、高い直線性を持つことが分かったが、高フラックス領域においてやや直線から外れる傾向があり、今後これらの挙動を詳しく調査して、高エネルギー単色X線に対応した、定量性の高いI₀モニタリングシステムの構築を目指す。

4. SPEED-Mk.IIステージ制御用PCLおよびソフトウェアの改修

BL04B1では白色X線を主に使用しており、ビーム位置の変更が容易ではない。そのため、精密ステージを使用して、総重量が20トンにもなる大型プレスおよび5～6軸ステージ全体を1μm単位で移動し、試料にX線を照射している。1000トンもの荷重を1～2mの大型プレスに印加するため、装置そのものの弾性変形も非常に大きく、実験時は頻繁に大型プレスを移動する必要がある。そのためステージ制御UIの利便性や安定性は効率的にユーザー実験を行うために非常に重要である。本高度化ではステージを直接制御しているPLCとPC用ソフトウェア両方の改修を行い、ステージ移動の利便性を向上させた。

PLC側ではサーボモーターの位置フィードバック閾値を可変としてOperation Disable時間を大幅に短縮し、またPCとの通信方法を変更して、通信安定性を向上させた。制御ソフトウェアは外部ソフトウェアとの通信が可能になるように全面的に改装した。これによりゴニオステージやGe-SSD検出器との連携が可能となり、プレス軸の自動スキャンやエネルギー/角度分散型X線回折測定法であるCAESAR測定が可能になった(図4)。

5. トラブル防止策

2015年度にGe-SSDのエネルギー較正用RIを導入し、エネルギー較正の精度および利便性が増した一方で、こ

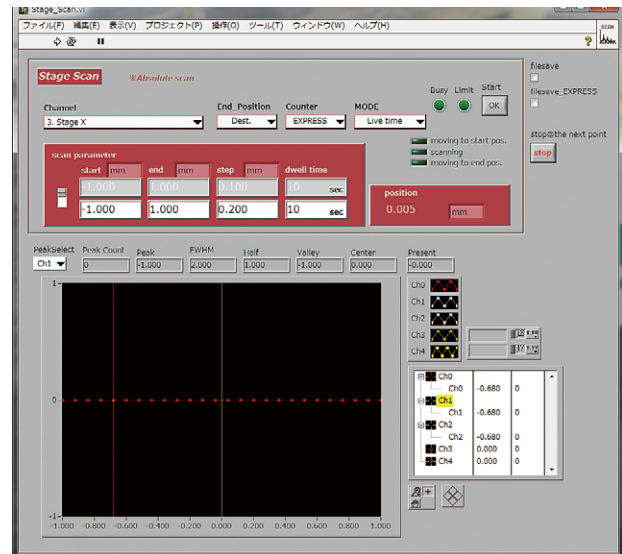


図4 新たに開発した自動スキャンソフト



図5 従来型と新型のアンビル台座の外観

れまでなかったGe-SSDのBe窓を破損する事故が発生した。こうした事故を防止するためユーザーがGe-SSDに接触するのを防ぐために検出器用カバーの一部を改造し、チェックングソース用カートリッジを作成した。これ以降同様の事故は発生していない。また2016年度に発生した過電流や漏電に対処するため実験ハッチ内にコンセント盤を増設した。

利用研究促進部門

構造物性 I グループ 極限構造チーム

肥後 祐司、丹下 慶範