

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

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する高エネルギー単色X線による高圧粉末X線回折が可能な共用ビームラインである。1997年の供用開始から現在まで、高圧物性分野や地球惑星科学分野を中心に、幅広い高圧研究が展開されている。ダイヤモンドセル高圧発生装置(DAC)と冷凍機や近赤外線レーザーを組み合わせた実験手法により、数百万気圧(1万気圧 = 1 GPa)に至る圧力領域で、極低温から数千度を越える温度領域をカバーした多重極限環境下におけるその場X線回折実験の他、数百万気圧を越える圧力領域での安定した実験を目指す高圧力発生技術の開発も実施されている。以下では、2016年度の利用課題実施状況、および機器整備の状況について報告する。

2. 利用課題実施状況

2016A期および2016B期において、それぞれ19課題、18課題が実施された。一般課題は、大学院生提案型課題を合わせ、A・B期ともに16件であり、採択率はA期53%、B期52%であった。また、2014A期採択のパートナーユーザー(PU)課題(指定期間延長)が1件、2014B期ならびに2015B期からの長期利用課題が2件実施された。PU課題では、マイクロX線集光ビームを利用した高温高圧条件におけるX線回折計測技術の開発・高性能化とその先導的利用研究、長期利用課題では、多重極限環境条件下でのX線回折との複合同時計測を利用した先端的研究が実施された。2016A・B期においては、国

外からの利用研究課題が2・3件実施され、大学院生提案型課題は4・5件実施された。

図1に、2016Aならびに2016B期に実施された研究分野と実験手法の利用件数を示す。主な研究分野は、固体物理・化学、地球惑星、材料物質、技術開発であり、2016Aと2016B期において、それぞれ7・10課題、7・5課題、3・2課題、1・1課題が実施された。固体物理・化学分野および地球惑星分野で、全課題数の80%を占めており、2016A期では、固体物理・化学分野と地球惑星分野の利用研究課題が同数であった。2016B期では地球惑星分野課題が減少した結果、全体の60%近い割合を固体物理・化学分野課題が占めた。

BL10XUにおける実験手法は、冷凍機を利用した低温高圧実験、室温下での高圧実験、近赤外線レーザーまたは抵抗ヒーターを用いた加熱法による高温高圧実験に分類される。2016A期では、地球惑星分野だけでなく、固体物理・化学分野において物質合成などに利用されたため、高温実験が半数を占め、低温実験と室温実験が25%とほぼ同等であった。2016B期では、低温実験の利用研究が増加し、高温実験とほぼ同じ割合となった。室温実験は、近年減少傾向にあるが、高圧発生技術開発や関連する材料評価などに利用され、2016年度は全体の20%程度実施された。

3. マイクロX線回折実験用低振動型冷凍機システムの導入整備

近年、高圧研究の測定対象が高い圧力領域に向かうに

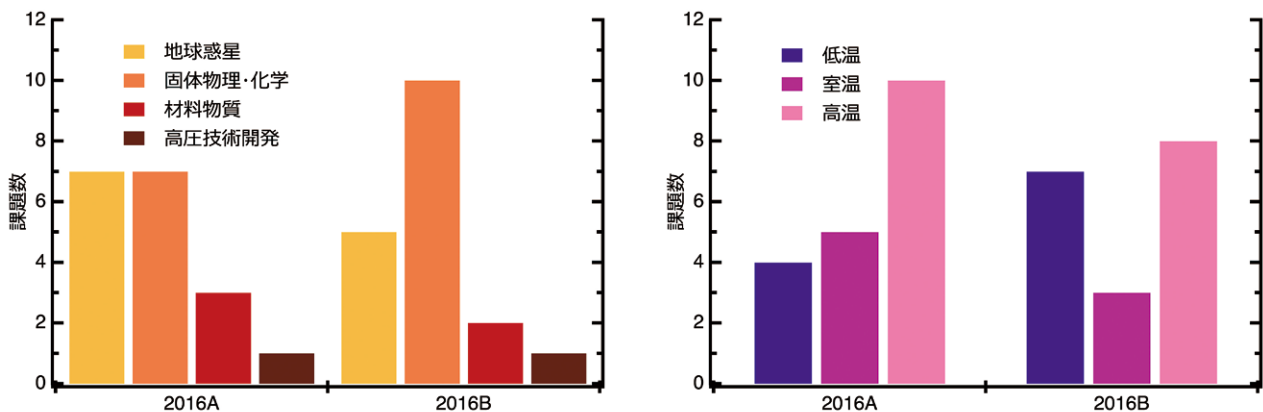


図1 BL10XUにおいて2016A期並びにB期に実施された研究分野別課題数(左)と実験手法別課題数(右)。

つれ、試料の微小化が進み、更に電気抵抗測定など複合計測のため試料部が複雑化してきている。そのため、局所領域計測が可能な高空間分解能を有する微小X線プローブが要求されている。BL10XUでは、複合X線屈折レンズ (XCRL) による高エネルギーX線集光光学系の開発を継続的に行っており、マイクロビームによる高圧X線回折測定が利用可能になっている。マイクロX線集光ビームを形成するX線集光光学系は複数ハッチに設置される光学素子から構成されるため、実験ハッチ2においてマイクロX線ビーム利用が可能である。

高エネルギーマイクロX線ビームを利用したX線回折実験による低温高圧下での精密構造解析や構造物性研究を可能とするため、2016年度に実験ハッチ2に低振動型冷凍機システムを導入し、多目的高耐荷重回折計へ設置するための架台が整備された(図2)。導入された冷凍機は、信頼性が高く、操作が簡便な4K-GM (Gifford-McMahon) 型であり、本ビームラインで2006年に開発導入され、実験ハッチ1に設置されている冷凍機と同型である。微小試料にX線集光ビームを照射する際、冷凍機の振動が問題となるため、冷凍機内のコールドステージとダイヤモンドアンビルセルホルダー間は銅製の練り線で接続することにより、冷凍機から試料部への振動伝達を抑制し、高圧試料部において5 μm 以下の低振動化が実現可能な仕様となっている。

2012年以降、高密度水素に関する実験的研究が加速度的に進んでおり、300 GPa領域におけるラマン散乱分光測定や赤外吸収分光測定などが低温から高温まで実施されてきている。新たな高圧相も発見されており、X線回折による構造研究の重要性が急速に高まっている。200 GPaを越える圧力領域における水素の低温高圧実験や高温超伝導相探索など、高エネルギーX線集光ビーム

を利用した低温高圧X線回折計測による利用研究が期待される。2017年度より実験ハッチ2において、同冷凍機システムを利用したマイクロX線ビームによる低温高圧X線回折実験が開始される予定である。なお、本高性能化は、パートナーユーザー課題ユーザーである東京工業大学廣瀬敬教授らのグループから冷凍機が譲与され、JASRI との共同で実施された。

利用研究促進部門

構造物性 I グループ 極限構造チーム

平尾 直久、河口 沙織、大石 泰生

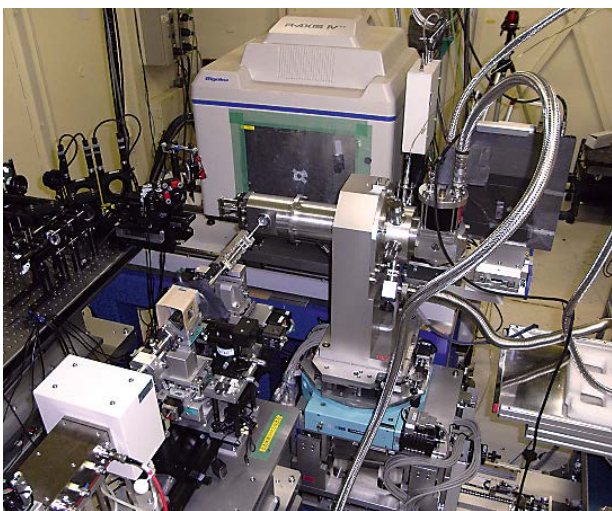


図2 BL10XU実験ハッチ2に整備された低温高圧マイクロX線回折計測用低振動型冷凍機システム