

BL35XU 高分解能非弾性散乱

概要

BL35XUは、短周期アンジュレータから得られる硬X線を利用したmeV分解能の高分解能非弾性X線散乱ビームラインである。ビームラインでは、周期配列を持つ結晶や周期配列を持たない液体やガラスなどからの素励起観測に基づく原子ダイナミクスに加えて、最近では音響モードの分散関係から高圧・高温下での弾性率を推定し、地震波の計測から得られた実測値との比較から地球最深处の殻の組成同定を目指す地球科学分野への研究もおこなわれている。このようにBL35XUでは、様々な研究分野にわたる実験がおこなわれているが、より多くのユーザを獲得するために、より多様な試料条件を提供することが重要となる。その一環として、共通機器として導入した従来機器よりも試料位置での最低到達温度がさらに低い2 Kクライオスタットが利用できるような環境を整備した。また、測定コンピュータの更新に伴い測定の高速度化・高効率化を達成したので、この点についても報告する。

He循環式2 Kクライオスタットの利用に向けた整備

固体物理分野では、特に超伝導や磁性の分野において低温域での計測が必須となっている。絶対零度に近い温度域では、沸点が4.2 Kの液体ヘリウムが使用されることが少なくないが、希少資源の節約や運転経費の削減という立場からヘリウム循環式であることが冷凍機の仕様として望ましい。そこで、硬X線領域の共用ビームラインでの超低温実験を実現するために、共通機器としてヘリウム循環式のクライオスタットを整備した。本クライオスタットは、従来10 K程度の低温を実現することが可能なヘリウム循環式クライオスタットと同程度の性能を有するコンプレッサー(住友重工製)を利用した冷凍機に、ヘリウム循環型のジュール・トムソン(JT)効果を装備したコールド・ヘッドを取り付けたもので、試料位置で最低温度1.5 Kを達成する仕様となっている。

本クライオスタットは共用の硬X線ビームラインでの共通機器として利用できるように設計されている。このため、SPring-8の標準的なビームラインよりも370 mm高い、床面から1800 mmの高さに試料位置があり、試料周りの制約が比較的高いBL35XUでも利用可能な仕様となっている。このため、クライオスタット本体とコンプレッサー及び循環させるヘリウムが細管の中で詰まる



図1 BL35XUで2 Kクライオスタットの使用状況。手前左に見えるポンプの後ろにヘリウムガス精製装置が、写真中央の非弾性散乱分光器の奥に冷凍器用のコンプレッサーが配置されている。

ことを防止するためのヘリウムガス精製装置の間の配管を十分長くとする構造となっている。また、これだけの長さの配管であれば、他の硬X線ビームラインでは問題なく利用できる長さである。図1はBL35XUでの当該クライオスタットを試運転させたときの様子を撮影したものである。写真は、クライオスタットを用いて回折計で実験試料を様々な方位に合わせて、非弾性X線散乱スペクトルの測定が可能であることを示している。

図1に示す配置で、X線ビームを試料に照射しない条件で仕様である最低温度1.5 Kを達成することに加え、1.5 Kから室温までの任意の温度に制御可能であることを確認した。今後、本クライオスタットはBL35XUにおいて超伝導をはじめとする超低温でのフォノン物性に関するユーザ実験に利用され、他の硬X線ビームラインでも超低温の放射光実験に共通機器として供される。

測定用コンピュータの更新による測定の高速度化・高効率化

最初に、BL35XUでの測定装置及びその周辺環境について概略図を図2に示す。非弾性X線散乱実験では測定用コンピュータを一台に集約している(図中A)。ユーザ(B)は、測定コンピュータ上のX端末にコマンドを入力することにより、各種装置(C1とC2。C1はコンピュータに直接接続された装置でC2はSPring-8ネットワークシステムを介して制御する装置である)を動かし、カウンタで得られた情報を得る。得られた全データ(バックグラウンドで測定されたデータを含む)は随時外部公開サーバ(D)にアップロードしてSPring-8外に公開している。X端末はspec(Certified Scientific Software社製)とい

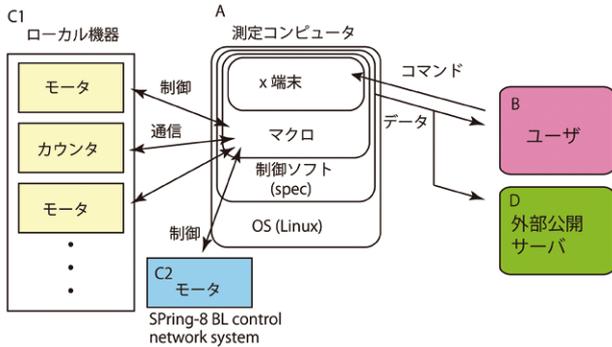


図2 測定用コンピュータとその周辺の模式図。

う制御用ソフト内で動作しており、各機器への通信・制御はマクロ (spec macro) と呼ばれる自作のプログラムによりおこなわれている。

測定用コンピュータ (A) は設置から数年が過ぎ、OS (Linux) のセキュリティ上問題が生じていた。また、マクロはBL35XU建設当初に作成されたものを使用していたため、通信速度の遅い環境に最適化されており、プログラム上無駄な部分が多くあった。そこで、測定用コンピュータ (ハードウェア) を交換し、最新のOS (Fedora から CentOSへ変更)、最新の制御ソフト (spec v.5から v.6へ変更) を導入することとした。更新前のマクロは新しい制御ソフトと十分な互換性がなかったため、(互換性がなかった箇所について) マクロを新たに作成した。この際合わせて全マクロをチェックしていくつかの書き換えをおこない、測定の高速度化/高効率化をおこなった。以下にその実例を2例示す。なお、(ユーザが操作する) コマンドは更新前後で (可能な限り) 変更していない。また、外部公開サーバ(D)へのアップロードも従来通りである。ユーザ・外部公開サーバに提供するデータの種類も更新前後で変化していない。半年間の準備期間を経て、夏期停止期間中に交換・更新作業をおこなった。

最初に高効率化の例を示す。BL35XU非弾性X線散乱実験では非弾性散乱スペクトルを得るのに、エネルギーを掃引しながらカウンタの積算をおこなう。ただし、積算時間に対して、実際の測定時間は長い。このような待機時間 (= (測定時間) - (積算時間)) が存在するのは、制御ソフト (spec) の処理時間があるためで、待機時間中に制御ソフトは (すべての) カウンタデータを参照するなどの作業を行なっている。更新前には非弾性X線散乱スペクトルカウンタを例えば10秒積算させるために平均11.5秒かかっていた (表1)。マクロの最適化をおこない、不要な (測定に関与しない) 制御ソフト作業を取り除いた。この結果、更新後は10秒積算に要する測定時間が平均10.4秒となり、待機時間を1.1 (=1.5-0.4) 秒減らすことができた。この待機時間を測定時間に割り振ることによって、より多くのデータ点を得ることができる

ようになっている。具体的な例を図3に示す。図中では更新前後での標準物質 (PMMA) を用いた非弾性散乱スペクトル (生データ) である。どちらも-3から3 meVまでのエネルギー領域について、掃引を1.2 meV/minという条件でおこなっている。図中の各測定点の積算時間は3秒である。3秒積算に要する測定時間が更新に伴い4.4秒から3.4秒になったことで (表1)、図3の例ではこのエネルギー領域でのデータ点が71点から89点に増加している。これは、より多くのデータ点を同じ掃引条件で得ることができるようになったことを示し、データの質が更新前に比べて向上していることを意味する。

次に高速化の例を示す。図4は液体窒素モノクロ結晶のエネルギースキンスペクトルである。このスキンは (非弾性X線散乱実験中) 光学系の調整の際に必要なスキンスキャンであり、スキンスキャンではSPring-8ネットワークシステムを介してモータを制御しつつ測定をおこなっている (図2中C2)。図中更新前後で測定点および積算時間は同じで (測定点26点、各点につき0.5秒積算)、スペクトルはほぼ変化しない。更新前ではこのスキンスキャンに80秒かかっていた (図4下)。この (長い) 測定時間が必要だった理由の一つとして、BL35XU建設当時は測定用コンピュータ - SPring-8ネットワークシステム間の通信が (現在と比べ) 遅く、測定用コンピュータのマクロ上待機時間を大きく設定する必要があったことがあげられる。今回

表1 制御用コンピュータ更新前後における非弾性X線散乱スペクトル測定所要時間の比較

	10秒積算に要する時間 (平均値)	3秒積算に要する時間 (平均値)
更新前	11.5秒	4.4秒
更新後	10.4秒	3.4秒

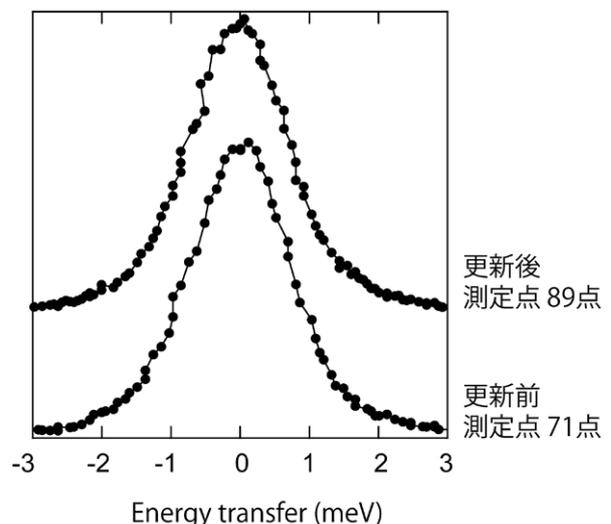


図3 標準物質の非弾性散乱スペクトル。下がコンピュータ更新前、上が更新後

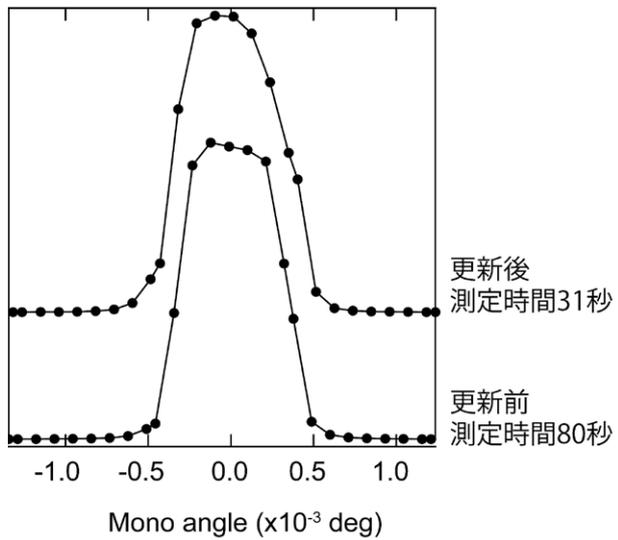


図4 液体窒素モノクロのエネルギーースキャン。
下がコンピュータ更新前、上が更新後。

の更新の際に冗長な待機時間を削るなどのマクロの最適化をおこなった結果、測定時間を31秒に短縮できた（図4上）。これにより、より速く光学系の調整がおこなえるようになっている。

利用研究促進部門
 構造物性IIグループ 非弾性散乱チーム
 内山 裕士、筒井 智嗣