

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鏡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。2016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測定の高感度・高精度化を目指した複数個の分光結晶を搭載可能なXESスペクトロメーターの導入を行った。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、KBミラー装置の真空化と集光ミラーの焦点距離の最適化を行った後の集光ビーム特性を評価した。

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。なかでも、XES測定は電子状態に関する詳細な情報が得られる有力な手法である。しかし、検出効率が低いため、高精度なスペクトルの取得や微量元素の解析には長い測定時間を必要とする。この問題を克服するため、高精度・高感度化を目指したマルチアナライザー型XESスペクトロメーターの開発を行った。

図1に、導入した新XESスペクトロメーターの概略図を示す。基本設計指針は以下のとおりである。① 最大15個の球面湾曲分光結晶を搭載することで、広い立体角での蛍光X線強度の取り込みを可能とする、② 分光結晶

ステージを真空中に設置することで大気による蛍光X線強度の減衰を低減する、③ 試料周辺の空間を広く確保し、超伝導磁石等の大型装置を設置可能とする、④ 現有の分光結晶の利用を可能とする、⑤ エネルギー分散型方式での利用も可能とする、⑥ 散乱角の変更を可能とする、⑦ スペクトロメーターのエネルギー分解能は1 eV以下とする。現状の仕様は、最大5個の球面湾曲分光結晶、ローランド半径820 mm、Bragg角は70°～83°、散乱角は90°±45°である。蛍光X線の経路はヘリウムガス雰囲気下での利用が可能となっている。Si、Ge、InSb分光結晶を用いることで、4.66～14.13 keV (実績値) でのXES測定を行うことができる (図2)。ただし、一部のエネルギー領域にはまだ対応していない。

新スペクトロメーターで得られる測定感度を評価するため、搭載予定のGe球面湾曲分光結晶に対するエネルギー分解能および集光強度の測定を従来のスペクトロメーターを用いて行った。図3にGe 333反射における、入射エネルギー5.845 keV (Eu $L\alpha_1$ 線近傍) の弾性散乱強度による評価結果を示す。現状の仕様で搭載可能な5個の分光結晶すべてに対して、エネルギー分解能0.4～0.5 eV、代表的なEu化合物に対するEu $L\alpha_1$ 線に対して結晶1枚あたりの集光強度4,500 cpsを実現した。この結果から、5枚の結晶を搭載したマルチアナライザー型XESスペクトロメーターを利用することで、1枚の分光結晶しか搭載できなかった従来のスペクトロメーターと比べて、XES測定の感度および効率が5倍に向上することが期待できる。図2の括弧内の数字は現有の分光

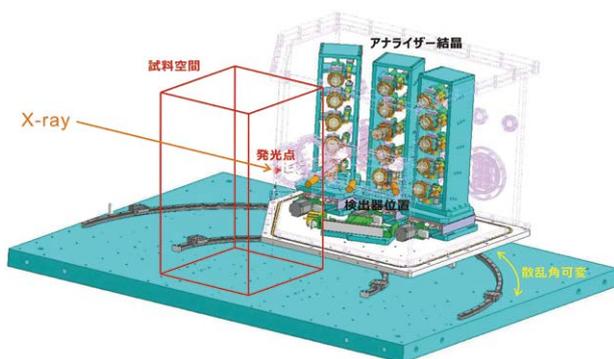


図1 マルチアナライザー型X線発光分光スペクトロメーターの概略図。

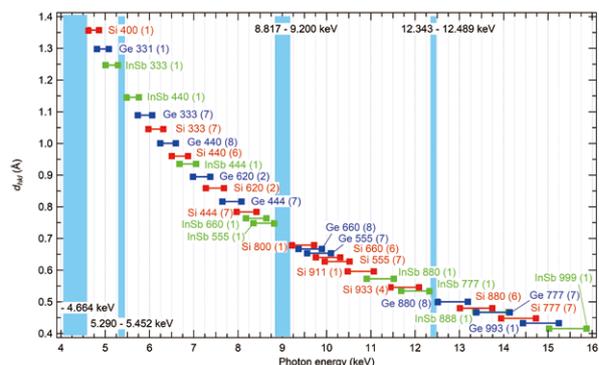


図2 現有の分光結晶でカバーするX線発光分光測定のエネルギー領域。括弧内の数字は分光結晶の保有枚数を表す。現有の分光結晶では、水色の四角で示されたエネルギー領域には対応していない。

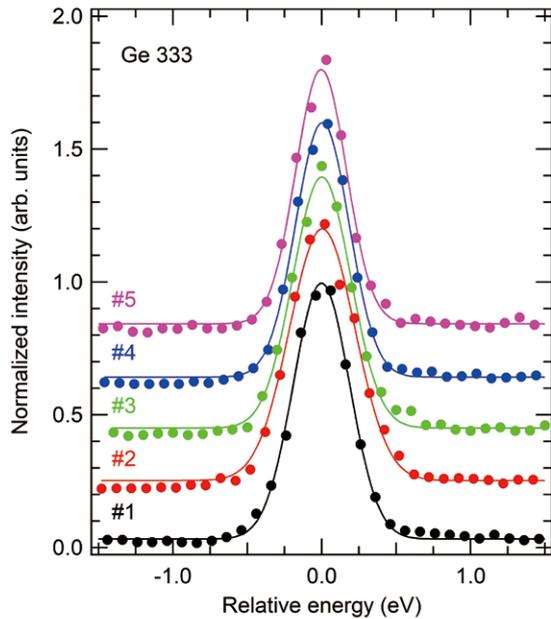


図3 球面湾曲Ge 333分光結晶によるエネルギー分解能評価の結果。モノクロメーターはSi 220、入射エネルギー5.845 keV(Eu $L\alpha_1$ 線近傍、Bragg角 $\theta_B = 76.912^\circ$)での弾性散乱によって評価している。強度は最大値で規格化している。

結晶の枚数を示しており、該当するエネルギー領域についてはこの枚数分の感度向上が期待できる。今後は、高感度測定が可能な(複数の分光結晶が利用可能な)エネルギー領域の拡張を目指し、分光結晶の整備を進めていく予定である。

新スペクトロメーターは、2017年度以降は実験ハッチ1に常設とする。スペクトロメーターの調整と、5枚の分光結晶によるXESスペクトルの実測定による装置評価を行った上で、2018A期からの共用開始を予定している。

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/XMCD 測定が共同利用に提供されている。2016年度には、2015年度に実施したKBミラー装置改造の効果調べるため、集光ビーム性能の評価を行った。この改造ではKBミラー装置の真空化とともに、二枚の集光ミラーの焦点距離の最適化を行った。垂直方向の集光ミラーの焦点距離を460 mmから200 mmに短くすることで光学系の垂直方向の縮小率を高め、仮想光源を用いなくとも光源点の直接投影によって大強度の100 nm 集光ビームの形成を可能とすることを目的とした。

図4に集光ビーム性能の評価結果を示す。評価に用いたX線のエネルギーは12 keVである。光学ハッチ内、輸送チャンネルの4象限スリット(TCスリット1)を仮想光源として用い、スリットサイズを変えることで集光ビームサイズを変化させた。水平方向は常にスリットを閉め

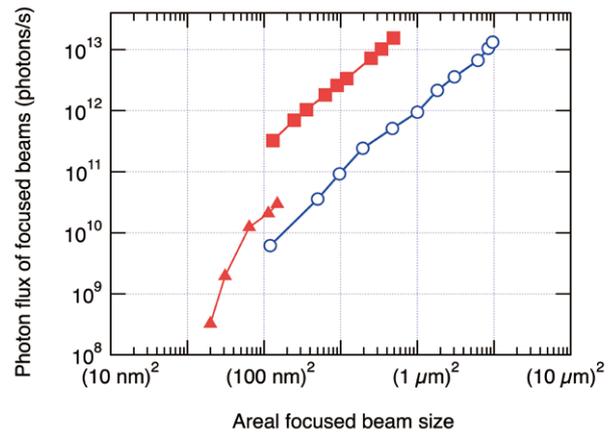


図4 KBミラー装置の改造による集光ビーム性能の向上。集光スポット中に得られる光子数を集光サイズ(面積)に対して示す。(赤四角)改造後、垂直方向は光源を直接投影集光、水平方向は仮想光源を使用した集光；(青丸)改造前、垂直・水平方向とも仮想光源を使用した集光；(赤三角)改造後、垂直・水平方向とも仮想光源を使用した集光。

た状態(開口2 μm ~ 235 μm)で用い、TCスリット1を仮想光源とした。垂直方向に関しては、TCスリット1を全開として光源を直接投影する条件と、TCスリット1を閉めて(開口4 μm ~ 27 μm)仮想光源とした場合の2つの条件で評価を行った。赤四角および赤三角が改造後の集光ビーム性能を表す。垂直方向の集光については光源を直接投影する条件で100 nm 集光を達成した(赤四角)。改造後の(100 nm)²のビームサイズでの光子フラックスは 3×10^{11} photons/sが得られている。改造前(青丸)と比べて50倍のフラックスの増大を実現した。また、改造後の条件で仮想光源スリットの開口を垂直18 μm × 水平8 μm 以下とすることで、100 nm以下のビームサイズが実現された(赤三角)。

100 nm 集光ビームの高フラックス化によって、高空間分解能での磁気イメージング実験や局所磁気解析実験での統計精度向上および測定時間の短縮が行える。また、孤立電子バンチからのX線を利用した時分割実験においても高効率化が図られるため、時分割磁気イメージング解析が現実的なビームタイムで行えると期待される。

改造のもう一つの恩恵として、KBミラーの真空化によって、ミラー表面の汚染が大幅に軽減されたことが挙げられる。従来Heガス雰囲気中でKBミラーを運用していたときには、半年程度の利用でミラー表面に白い汚れが付着し、ミラーの反射率の低下と集光ビームサイズの増大が見られた。そのため、半年ごとにミラーの洗浄を行っていた。真空化によってKBミラーチェンバーは 2×10^{-6} Pa以下の真空度に保たれており、1年間の利用後もミラー表面の汚染は確認されず、集光ビーム性能の劣化も見られなかった。

本高性能化によって得られた高フラックスの100 nm

ビームは、2016A期から利用実験に提供されている。

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