

BLO4B1 高温高压

1. 概要

BLO4B1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線を用いた高温高压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川井型高压発生装置（DIA型プレス、光学ハッチ2）とSPEED-Mk.II川井型高压発生装置（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以上の高温高压実験の他に、D-RAM（メインラムとは独立して可動する差動ラム）を使用した高压変形実験を行うことも可能である。

2017年度の高性能化として、高計数率Ge-SSDシステムの導入、超音波エコー測定システムの更新、光学ハッチ2精密ステージ用制御ソフトウェアの開発、大容量NASストレージの導入を行った。また、高額消耗品として、SPEED-1500用1段アンビルの交換、単色X線ビームモニター用GAGG蛍光体の交換等も実施した。

2. BLO4B1の利用状況

2017A期、2017B期合わせて30課題（含1年課題）が実施された。採択率は、2017A期、2017B期の平均として52%であった。重点課題としては、愛媛大学のPU課題『大容量高压装置を活用した地球および関連物質の高温高压物性研究の推進』が実施された。2017期も2016期と同様に地球惑星科学分野がメインであったが、物質材料科学分野の海外からの新規ユーザーを複数件実施した。

3. 高計数率Ge-SSDシステムの導入

BLO4B1ではエネルギー分散法によるX線回折測定を主要な測定手法としている。回折X線のエネルギースペ

クトル測定にはGe-SSDを使用しているが、ガラス（メルト）試料や高選択配向性試料の測定時にはしばしばDead timeが高くなり測定時間が非常に長くなる問題があった。こうした問題を解決するため、高計数率に対応したGe-SSD検出システムを導入した。

今回導入したGe-SSD検出器（CANBERRA社製EGX10-06）はGe結晶直径10 mm、結晶厚は6 mmで既設のGe-SSDとほぼ同等の有効径と感度を有している（図1）。本検出器の最大の特徴はI-TRP方式のプリアンプを搭載しており、2 Mcps以上の高カウントレートの入力に対応している。また、パルスチューブ式の電気冷却装置によって、液体窒素補充による中断無しに安定した長時間計測が可能となっている。また上記の検出器の性能を最大限に活用すべく、Quantum DETECTORS社製のXspress3 mini高速マルチチャンネルアナライザーも導入した。

既設システム（Ge-SSD（GL0110P、CANBERRA社

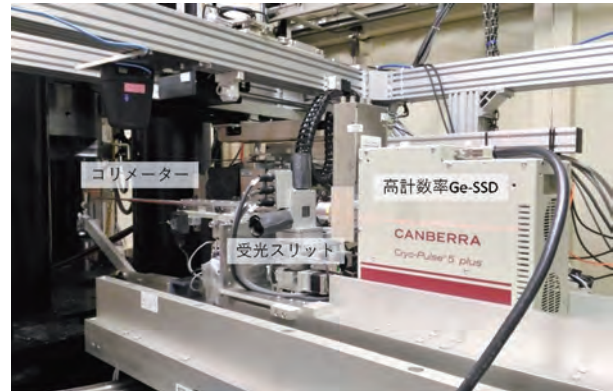


図1 高計数率Ge-SSDの設置状況

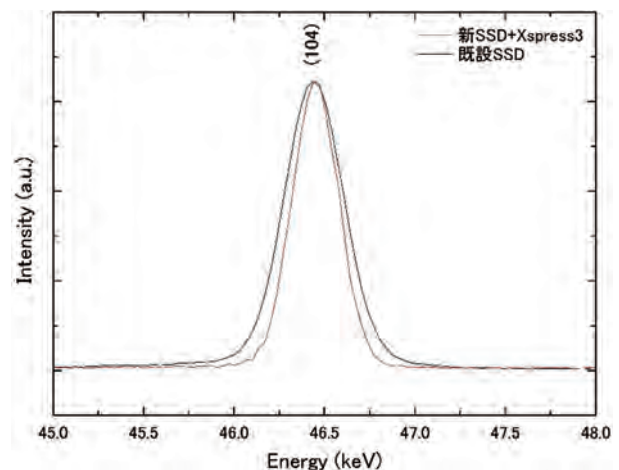


図2 Al₂O₃ (104) ピーク幅の比較

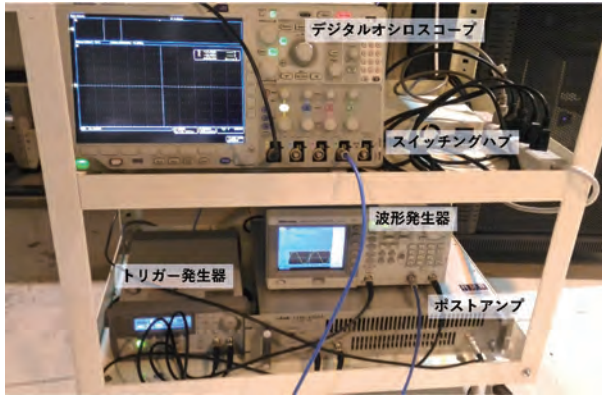


図3 新たに導入した超音波エコー測定システム

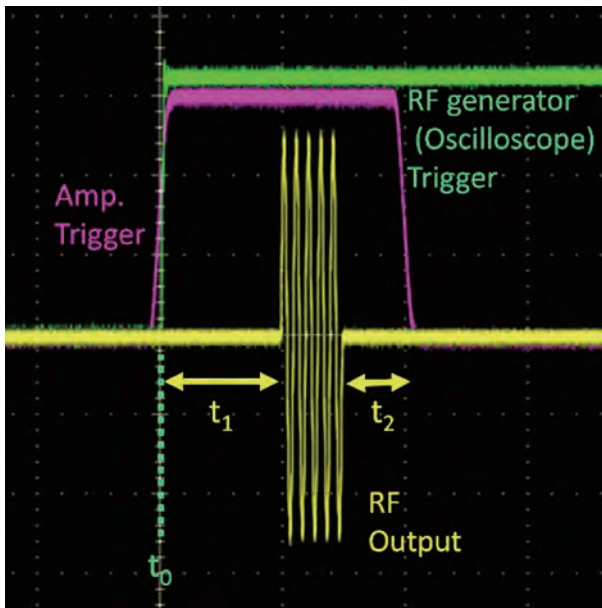


図4 制御用トリガー及び超音波ドライブ用RF信号

製)、アンプ (2026、CANBERRA 社製)、ADC (8715、CANBERRA 社製)、AIM (556A、CANBERRA 社製)) と新システムのテスト測定の結果、高計数率検出器は既設システムに較べて Dead time の大幅な低減が確認できた。特に SiO_2 ガラス試料を使用した高フラックス条件での Dead time の差は大きく、既設システムでは全く測定不可能な条件でも、新システムでは問題なく測定可能であった。更に、 Al_2O_3 の回折線のうち 104 面の回折線を比較したものを図 2 に示す。FWHM (keV) はそれぞれ、0.392 (既設 SSD)、0.306 (新 SSD+Xpress3) となり、既設システムと比較して半値幅が小さく高エネルギー分解能を有することを確認した。

今後、本システムの設置・調整を経て本格的なユーザー利用に供していくが、本機器の導入によって従来は測定困難であった高選択配向性試料の測定が可能になるばかりでなく、将来高フラックス光源と組み合わせることで、高速時分割測定や、試料の 2 次元 (3 次元) XRD マッピングが可能になると期待される。

4. 超音波エコー測定システムの更新

BL04B1 では、高圧下での試料の弾性率測定のため、超音波エコー測定装置 (愛媛大学 GRC の持ち込み物品) がユーザー利用に供されている。しかしながら、設置から 10 年以上経過し、一部動作不具合が生じ、またシステム OS に Windows XP を使用しているため、所内 LAN に接続できず、データ転送や自動測定に不都合があった。そこで、デジタルオシロスコープと任意波形発生器を 2017 年度新規に導入・更新した (愛媛大学 GRC の持ち込み物品)。デジタルオシロスコープには Tektronix 製の MDO4104C を導入した。本製品の周波数帯域は 1 GHz であり、 ~ 100 MHz の超音波波形測定に十分高い時間分解能を有している。任意波形発生には同じ Tektronix 製の AFG3251C を使用して 120 MHz までの正弦波バースト波形を発生できる。これらオシロスコープ、波形発生器および既設のバイアスゲート付きアンプの同期のためのトリガー源として、Agilent 製の 33210A を利用している。これらの機器はすべて LAN 接続によって PC に接続され、新たに開発した制御ソフトウェアによってシーケンシャルに自動的にデータ収集が行える (図 3、4)。

5. その他の高性能化等

今後の複合測定自動化を進めるために、2017 年度はステップモーターコントローラ (ツジ電子製: PM16C-16) と新たに制御用ソフトウェアを開発した。既設システムはレガシーインターフェースである GPIB 通信規格を採用しており、ケーブル長やデータ転送速度の制限によって、安定的かつ迅速なステージ移動ができなかった。今期導入した上記コントローラは LAN 通信を採用しており、ケーブル長の制限がほぼ存在しない。また、16 ch のモーターを同時駆動でき、測定の迅速化に有用である。一方、近年計測機器の高分解能化や時分割測定の普及によって測定データ量は増加の一途をたどっている。測定データの安全かつ高速な保存のために、データストレージとして大容量 NAS (ニューテック製: Cloudy III-LC NAS 2 TB \times 12 台) を導入した。

JASRI 利用研究促進部門

回折・散乱 I グループ 極限構造物性チーム

肥後 祐司、丹下 慶航