

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

高圧構造物性ステーションBL10XUは、周期長24 mmの真空封止型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線を利用した高圧X線回折計測が可能な共用ビームラインである。研究対象分野は、主に高圧物性や材料科学、地球惑星科学分野であり、関連する広範な研究分野の高圧研究も実施されている。高圧発生装置ダイヤモンドアンビルセル（DAC）と冷凍機または近赤外線レーザー加熱を組み合わせることにより、1万気圧から数百万気圧の圧力領域において、極低温から数千度での多重極限環境下における結晶構造解析が可能である。2017年度においては、半期毎に17・24件の一般課題・大学院生提案型課題および長期利用課題1件（2017A期）、重点パートナー課題1件が実施された。

BL10XUでは、高圧極限環境下でのその場粉末X線回折に関する精密化と高効率化のため、X線入射光学系や高精度高安定回折計・検出器ステージ架台、X線回折用フラットパネル検出器などの計測基盤機器が整備されてきた。最近、極低温下における200万気圧領域での低温高圧X線回折実験や電気伝導度測定との同時計測が開始されている。試料サイズの微小化に加えて、電極などの構造体の組み込みによる試料部の複雑化のため、X線プローブの高空間分解能力が望まれている。また、高圧下におけるアモルファスや液体などの非晶質物質に関する高圧X線回折の利用ニーズが増加しつつある。2017

年度は、それらの要求に対応し、ナノ構造物性研究を高圧研究分野においても展開していくため、高エネルギーX線集光基盤技術の高性能化として、サブミクロン集光光学系の導入および45-62 keV対応の集光素子の開発が実施された。また実験ハッチ2では、高圧下におけるイメージングとX線回折複合計測に向けたラミノグラフィ測定システムの開発が行われた。次項で詳細を記す。

2. 高エネルギーX線集光用複合屈折レンズシステムの整備

30 keVでのサブミクロンビームを利用したX線回折実験の実現と、大強度ミクロンビーム利用実験の62 keVまでの高エネルギー領域への拡張（従来：14-45 keV）のため、30 keV用サブミクロン集光X線屈折レンズ、45-62 keV用X線集光屈折レンズを導入し、光学ハッチ内に設置した。上記集光光学素子と既設14-45 keV用グラッシーカーボン製X線屈折レンズを含む3種類の光学素子を並列配置可能なマルチレンズシステムを整備し（図1）、利用実験に応じて簡便・迅速に切替できる光学系となっている。

サブミクロンビーム形成のX線光学系は、X線エネルギー30 keVに最適化された二段式の集光光学系を採用し、微小仮想光源形成用SU8製X線集光屈折レンズおよびリソグラフィにより作成された金製の高アスペクト

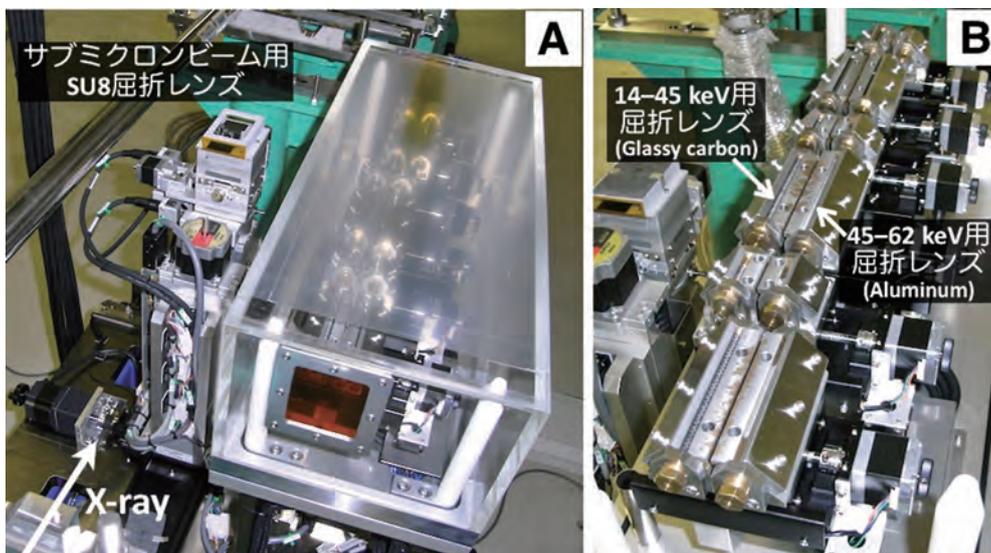


図1 (A) BL10XU光学ハッチ内に整備されたマルチレンズシステム。光源からの距離42 m（二結晶分光器の下流3 m）の位置に設置 (B) ヘリウムチャンバー内設置のグラッシーカーボン製およびアルミニウム製屈折レンズ搭載用レンズユニット

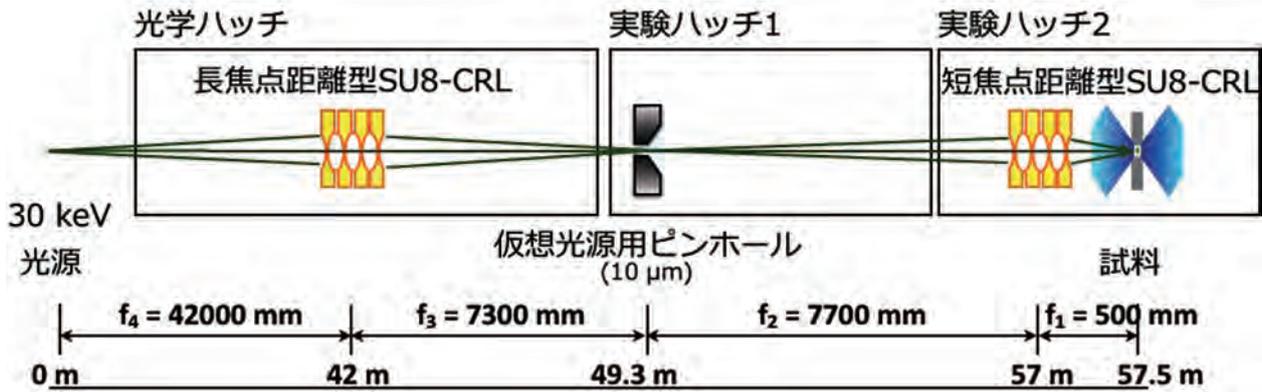


図2. サブミクロン集光ビーム形成用二段式屈折レンズ集光光学系システム

比ピンホール、試料前のSU8製X線屈折レンズから構成される（図2）。従来の集光光学系では数 μm サイズの集光が限界であったが、新規集光光学系により水平鉛直ともに $1\ \mu\text{m}$ 以下の集光が可能となった。X線プローブの高空間分解能化によって、数百万気圧の高温高压/低温高压極限状態におかれた数 μm の微小試料に対しても最適位置へのビーム照射ができるようになった。

一方、45–62 keVの高エネルギー単色X線に対するX線集光素子として、アルミニウム製の二次元放物面型屈折レンズを開発導入し、光学ハッチ内に整備したマルチレンズシステムに組み込まれた。屈折レンズの枚数を変更することにより、様々な入射X線エネルギーと焦点距離に対応可能となっている。40–62 keVのX線エネルギー範囲で、実験ハッチ2内集光位置において、鉛直方向で $15\ \mu\text{m}$ 以下の集光ビーム形成が可能となった。現在、非晶質物質に関する高压X線回折実験のため、X線エネルギー50 keVでのユーザー利用が開始されている。今後、高温高压液体のX線回折による構造解析など、地球液体外核や不規則系物質の構造物性研究への展開が期待される。

なお、本高性能化は、理研からの支援を受けて実施された。

3. 高压X線回折・ラミノグラフィー複合測定装置の開発

DAC内に充填された高压試料の微細構造や高温高压下で溶融させた試料の複雑な形状を可視化するための高压X線ラミノグラフィー法とX線回折の複合計測に向け装置開発を進めている。マイクロX線ビームを用いたX線回折測定により、不均一試料等の微細構造分布を詳細に観察することが可能になってきているが、試料室内全体の形状を俯瞰することは困難であり、三次元計測可能なイメージング手法の導入が期待されている。

DAC装置の特性上、測定試料の大部分は平板状となり、X線ラミノグラフィー法は微小な平板試料に対して、非常に有効な非破壊測定手法である。高压下での数

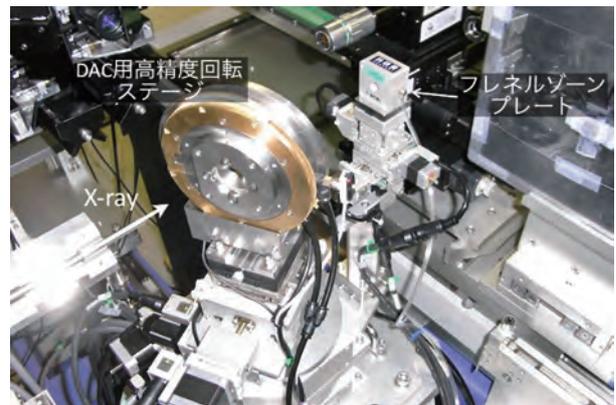


図3. BL10XU実験ハッチ2に整備された高压X線回折・ラミノグラフィー測定用システム

ミクロン程度の試料を十分に判別するため、 $160\ \text{nm}$ 空間分解能を有するフレネルゾーンプレート集光光学素子による結像型ラミノグラフィー光学系の開発を行っている。入射X線エネルギーは、 $14\ \text{keV}$ である。2017年度は、光学系・検出器の整備とDAC用高精度ステージの開発を行い、設置・組み上げ作業が完了した（図3）。2018年度以降、同装置の実証試験を経て、利用研究に供する予定である。

なお、本高性能化は、重点パートナー課題ユーザーである東京大学廣瀬教授らのグループの科研費特別推進研究費を一部投入し、JASRIとの共同で実施された。

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

平尾 直久、河口 沙織、大石 泰生