

 特集：高輝度 X 線 (I) — SPring-8 —
 

「高圧構造物性」共同利用ビームライン

浜谷 望

お茶の水女子大学理学部*

Public Beamline: Ultrahigh-Pressure Sciences

Nozomu HAMAYA

Department of Physics, Ochanomizu University

「高圧構造物性」ビームラインには大柳宏之氏（電総研）世話人の高輝度「XAFS」と超高压力下での回折・XAFS・XANES 実験を目指す「極限構造物性」の二つの SG が参加している。上流に XAFS 実験，下流に超高压実験の装置を設置した二つのハッチを並べ，タイムシェアリングでビームを使用する。

光源と光学系

光源にエネルギー範囲 5–60 keV をカバーする SPring-8 標準の真空封止アンジュレーターを設置する。その光はやはり標準仕様の 2 結晶分光器で単色化される。

XAFS（特に EXAFS）では注目する元素の吸収端エネルギーを選び，その近傍の 1 keV 程度の領域でエネルギー走査を行う。したがってアンジュレーター光源は広いエネルギー範囲をカバーすると同時に，大きな強度変動を伴うことなくスムーズにエネルギーをスキャンする能力が要求される。ここでは，5–29 keV の硬 X 線を基本波長と 3 次光を使って発生し，磁石列のギャップ制

御と分光結晶（Si(111)または(220)）制御を同期させてその目的を達成する。基本的な光学系は上記の標準 2 結晶分光器とその下流に置く可変臨界角平行ミラー（2 枚，固定出射位置）からなる。

超高压実験ではミラーは使わず（将来的なスーパーミラーの使用はオプション），20–60 keV の単色光をハッチ内に置く一次元垂直方向集光ブラッグフレネルレンズ（BFL）で集光してダイヤモンドアンビルセル（DAC）内の試料に照射する。粉末回折実験が主目的なので，角度発散をある程度大きくしたビームで数多くの結晶粒からの回折を見ることが重要である。BFL の焦点距離は X 線のエネルギーによって変わるが，たとえば，40 keV ビームでは約 70 μm 巾の部分で 1.2 m 位置で最小数ミクロンに集める。集光した水平方向に細長いビームの不要な部分はスリットでカットする。

実験装置

XAFS

* お茶の水女子大学理学部 〒112 文京区大塚 2-1-1
TEL 03-5978-5319 FAX 03-5978-5898
e-mail hamaya@phys.ocha.ac.jp

蛍光を効率よく検出するために、現在開発中の超高効率半導体検出器（スーパーディテクタ）を用いる。実験装置は検出器、計測システム、クライオスタット、制御システムからなり、試料は水平および垂直軸に対して回転できる配置の自由度をもっている。試料面は垂直方向あるいは水平方向でビームに垂直な軸のまわりを精度よく回転できる。このため試料を冷却したまま、偏光依存性を測定することができ、微小角入射の幾何学配置が可能である。スーパーディテクタは $5 \times 5 \text{ mm}^2$ の純Ge素子を1枚のウエファー上に集積したモノリシック型半導体アレイ検出器である。この検出器をアンジュレーターと組み合わせることによって微小な領域の感度を飛躍的に増大させることができる。この検出器はプロトタイプを開発中であり、一足早くフォトンファクトリーで性能評価が行われることになっている。

超高圧粉末 X 線回折

現在進行中の第一期 A 計画では粉末 X 線回折装置を設置する。回折装置自体はシンプルで、BFL をのせるゴニオメーター、ビーム整形用 4 象限スリットとコリメーター、ビーム強度モニター、XYZ 移動機能をもつ DAC・クライオスタット用ステージ、そしてその場読取型イメージングプレート (IP) 検出器が、フラットベッドアーム上にある。波長を変更する際にはこのアームをエアパッドで浮かせ BFL の散乱角に合わせて回転させる。以上のすべてがビームに対して位置決め可能な架台の上に載る。アクセサリとしてヘリウム循環型のクライオスタット、回折計上で計測可能な顕微分光圧力測定システム、試料準備に必要な高倍率実体顕微鏡、IP 読取用ワークステーションを用意する。

実験の基本的な考えは、ビームに対する回折計のアライメントも含めて可能な限りハッチ外からリモート制御することにある。いったんビーム位置が決まったら、ガス圧駆動型 DAC（もちろん

通常の DAC も搭載できる）内の試料位置の合わせ込み、外部からガス圧を変えての圧力制御、低温実験の場合の温度制御、ハッチ内への光ファイバー導入による圧力測定（クライオスタット中の試料に対しても）、回折パターン測定とその読み出しの一連の操作をコンピューター制御することにより、露光以外に要する時間を大幅に短縮して 8 GeV 光の高輝度性を無駄なく生かすことができる。

来年度以降、第一期 B 計画では時分割測定を想定した超高感度 CCDX 線カメラ検出器と 3000 K 以上の高温 + 高圧回折実験を可能にする CO₂ レーザーその場加熱システムの導入、さらに第二期計画では物性測定を目指した高圧単結晶 X 線回折計の設置を予定している。

上にあげた SPring-8 における超高圧実験計画の多くが、現在、立ち上がりは始めている。これはノウハウの蓄積という面で大変有意義である。圧力のその場測定は物質研の青木グループがすでに実用化しているほか、PF でも BL13B2 で物質研八木グループが、BL18C で下村氏 (PF) が設置している。ガス圧駆動型 DAC による低温実験は下村・辻グループ (慶応大) によって試みられ、20 K での回折パターンの測定と加圧に成功している。超高感度 CCDX 線カメラの放射光を使った予備実験は一昨年下村・浜谷グループが行い、その有用性を確認し問題点を洗い出した。本年の 12 月に再び実験を行う予定である。CO₂ レーザーその場加熱システムは八木グループが S 課題として今年度から PF で実験を始めた。すでにレーザーを照射しながらの回折パターンを得ているが、X 線強度の不足が指摘されている。さらに、青木・村上 (PF) グループが物性測定を主眼にする高圧単結晶回折実験を開始しようとするところである。以上の極限構造物性 SG メンバーによる技術開発をふまえた上で SPring-8 における今後の計画が遂行されることになる。