

BL08W 高エネルギー非弾性散乱

1. はじめに

高エネルギー非弾性散乱ビームライン (BL08W) は、100 keV以上の放射光を常時使用できる世界的にも稀なビームラインである。SPring-8唯一のウイグラーを光源とし、直線偏光または楕円偏光した100~300 keVの高エネルギーX線を使用することができる。コンプトン散乱と磁気コンプトン散乱による基礎物性研究を主目的としており、また、高エネルギーX線を利用した特徴あるX線回折実験や、蛍光X線実験、X線CT測定、高エネルギーX線用光学素子や検出器の開発・評価実験にも利用されている。

2009年度に実施された一般利用研究課題は計25件であった。このうち国外ユーザーによる課題は8件 (いずれも磁気・コンプトン散乱実験) であり、BL08Wがコンプトン散乱による物性・材料研究において世界最高の装置性能と最も整備された実験研究環境を有していることを引き続き示している。実験手法別内訳は、コンプトン散乱実験9件 (内7件が高分解能測定)、磁気コンプトン散乱実験9件、X線回折実験2件、X線CT測定2件、蛍光X線分析2件と多種にわたる実験が行われ、コンプトン散乱実験に限らず、100 keV以上のX線を必要とする新規の実験の広がりを見せはじめている。

2. 磁気コンプトン散乱スペクトロメーターの低ノイズ化

磁気コンプトン散乱実験におけるバックグラウンドX線の除去を行い、ノイズを2桁程度減少させた。これまで、バルク試料の磁気コンプトン散乱測定におけるS/Nは100程度であり、また、磁気コンプトンプロファイルは磁場を反転させ測定した2本のプロファイルの差分から得られるためバックグラウンドは自動的にキャンセルされ、この程度のバックグラウンドは問題とはならなかったが、近年、磁性薄膜などの非常に微量な試料の測定を行うようになり、その測定精度を上げるために低ノイズ化が必要となっていた。

対処を行ったものは、ビームストッパー、試料チャンバー窓、検出器のX線シールドなどである。特に、試料用真空チャンバーの窓であるカプトンフォイル (70 μm) からの散乱X線が検出器シールドなどによって多重散乱し回りこんだものが主のバックグラウンドであったことが判明し、検出器側真空チャンバーと試料用真空チャンバーを一体とすることで窓を除去した。図1に、バックグラウンド対策前後のエネルギープロファイルの測定結果を示す。(1) はFe 100 μm のエネルギースペクトル、(2) がFe/SiN [400 nm/100 nm] のバックグラウンド対策前、(3) がFe/SiN

[400 nm/100 nm] のバックグラウンド対策後の測定結果である。入射X線エネルギーは115 keV、このときのFe/SiN [400 nm/100 nm] 試料による吸収は 7×10^{-5} ほどである (実際にこのような極微量試料での測定は、散乱強度が非常に弱く測定時間の問題から行うことはない。通常は試料を何十枚か重ね散乱強度を増強させ測定を行う)。80 keV付近のブロードなピークがコンプトン散乱X線、その両脇にあるピークは鉛の蛍光X線である。このように、劇的にバックグラウンドX線の寄与が減少し、極微量試料の測定が可能になった。

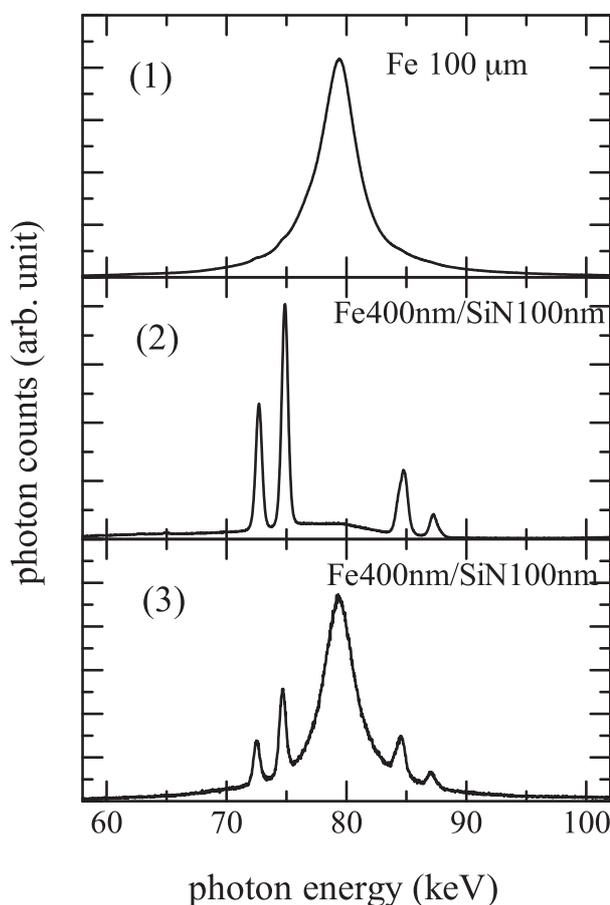


図1 磁気コンプトン散乱スペクトロメーターで得られたエネルギースペクトル。(1)、(2) はバックグラウンド対策前、(3) が対策後。試料は (1) Fe sheet (100 μm)、(2)、(3) はFe/SiN [400 nm/100 nm] 薄膜。入射X線エネルギーは115 keV、散乱角は178度。

3. バンド計算プログラム (BANDS01) の拡張

コンプトン散乱実験で得られた電子運動量密度分布の議論を助けるため、BL08Wでは、バンド計算プログラム“BANDS01”を導入している。“BANDS01”はFLAPW法のバンド計算に基づく、磁気コンプトンプロファイルの計算も可能な電子状態解析システムであり、東京理科大学浜田典昭教授、大阪府立大学柳瀬章名誉教授らによって開発され、みずほ情報総研によってコンプトンプロファイルの計算の拡張がなされたものである。

今年度、バンド計算プログラムの反強磁性体への拡張の一環として、結晶構造指定プログラムの入力データ (bnprpr.i5) の作成方法の手順書を例付きで作成した。本計算コードを使用して反強磁性体に対して計算をする場合、up spinの原子とdown spinの原子を異なる原子種として入力する必要があり、また反強磁性副格子への回転操作のコード番号を入力しなければいけなく煩雑であった。本手順書ではCrを例題にして入力データのそれらの作成方法を説明している。また、反強磁性的なスピン配列の入力データとの比較のため、ペロフスカイト構造のLaMnO₃ (F-type 強磁性) の入力データも作成し、さらにLaMnO₃ (A-type)、LaVO₃ (C-type)、LaTiO₃ (G-type) の3つの反強磁性構造に対して、LSDA用の入力データを作成して説明した。これらの手順書は、BANDS01ユーザーに提供している。

4. 試料冷凍機の改造

Couchois型高分解能コンプトンスペクトロメーターを使用した低温環境下の試料のコンプトン散乱測定を可能とするために試料冷凍機を改良した。改造を施したのは97年度に購入した鈴木商館製 極低温発生装置 (RF506/RH50-10E) である。本機は高速反転超伝導電磁石装置ボアー中心位置に試料を設置し冷却するよう設計され使用されていたが、現在、03年度に購入された新型冷凍機にその役割を受け渡したものである。

図2に改造された試料冷凍機を示す。X線の入射・透過窓ともにX線光軸に対し±16度の開口を持ち、通常、散乱角165度にて使用する高分解能コンプトン散乱スペクトロメーターにそのまま組み込むことができるようになっており、また、X線回折実験などにも使用することができる。試料部コールヘッドには、attocube社のエンコーダー付ピエゾ回転ステージ (ANR50RES) を組み込んでおり、冷却下での試料方位の変更が可能である。

温度センサーには LakeShore社Cernox 抵抗温度センサー (CX-1070-AA-4L) が試料部に設置されており、また、温度調整器として、4系統の温度センサーを入力、2系統のヒーター出力を持つLakeShore社製 336を導入した。本試料冷凍機の最低到達温度は<10 Kを達成することを確認している。

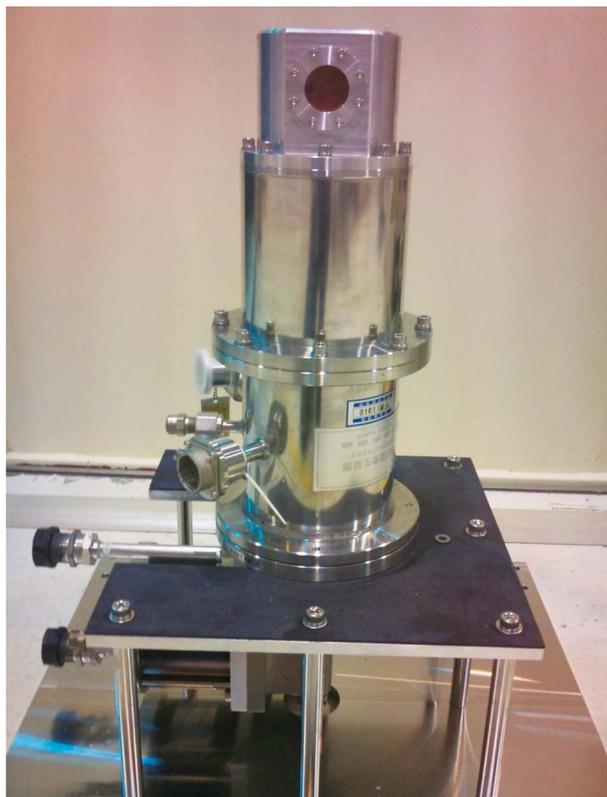


図2 高分解能コンプトン散乱スペクトロメーター用試料冷凍機

5. 蛍光X線分析用汎用ステージ

100 keV以上の高エネルギーX線を入射X線として使用した蛍光X線分析は、重元素の定量をK線を利用して測定することができ、特に希土類の測定に非常に敏感な測定手法である。本実験用に高剛性長ストロークの試料用自動ステージを導入した (シグマ光機 高剛性精密型X-Zステージ (SGSP46-500X, SGSP46-500Z)。各軸の稼動範囲は500 mm、耐加重は7 kgfである。現在、多数試料の測定における試料交換機として6×6ヶの試料ホルダーを搭載しており試料観察用カメラと連動し、自動測定が可能なシステムが運用されている。また、非破壊測定においてしばしば対象となる巨大な試料用の位置決めステージとしても使用可能である。

利用研究促進部門 構造物性IIグループ
伊藤 真義、櫻井 吉晴