

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唯一のウィグラーを光源とし、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。2011年度に実施された一般利用研究課題は計31件であった。実験手法別内訳は、コンプトン散乱実験件10件、磁気コンプトン散乱実験16件、蛍光X線分析5件である。コンプトン散乱実験では、結晶分光ではなくゲルマニウム半導体検出器を利用した利用課題が半数を占めた。低分解能ではあるが、統計精度に優れ、また、セル内部の試料の測定に有効である。

2011年度は、高分解能コンプトン散乱実験用の新規カメラの評価と、最近、利用研究課題が増加しているセル内部の試料の測定用の90°散乱測定用の測定装置の整備を行った。

2. 高分解能コンプトン散乱測定用2次元X線検出器の導入、評価

高分解能コンプトン散乱では、Cauchois配置のゲルマニウム湾曲単結晶を用いた波長分散法によってエネルギープロファイルの取得を行う。分光結晶により回折された散乱X線は、X線イメージインテンシファイアーにて検出され、その出力は2次元イメージとしデジタルカメラで取得される。画像は高速読み出しされ、画像に現れた単一フォトンによる発光を数値化するフォトンカウンティング法を用い積算している。本手法では、高強度のX線測定時において2個以上のフォトンが近接したピクセルに入射した場合に起こる数え落としが不可避である。この問題を解決するため、2011年度は、高分解能コンプトン散乱測定における散乱エックス線のイメージ検出用に、CMOSイメージセンサを搭載したデジタルカメラ（浜松ホトニクス社製、ORCA FLASH）を導入した。数え落としの影響を最小限に抑えるためには、単一の画像取得時間を短くすればよく、新規に導入したカメラは、これまで使用していたカメラ（浜松ホトニクス社製、ORCA II-ER）に比べ、画素数で2倍、画像取り込みスピード7倍となっている。

図1に露光時間20 msec単一フレームでの取得画像の一部を示す。多少ばやけた点が多数確認できるが、このブロードなピークが単一のエックス線による発光である。これを画像処理し、各フォトンの位置を算出すると図中右下のようになった。本カメラでの画像処理は、カメラコントロールソフトウェア（浜松ホトニクス社製、HiPIC）に付随する「フォトンカウンティングモード」ではバックグラウンドの影響を受け測定が困難であったため、フォトンカウンティングルーチンを作成、使用した。画像処理では、暗電流の除処、リードアウトノイズ除去のためのメディアアンフィルタ、ピーク積分値の算出を行っている。実際のコンプ

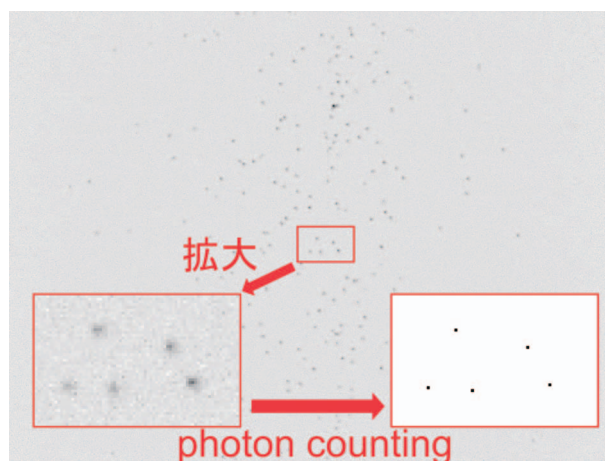


図1 分光されたコンプトン散乱X線の露光時間20 msecでの取得画像

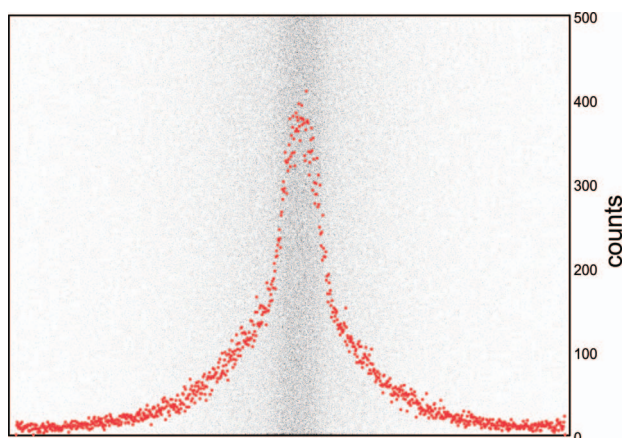


図2 フォトンカウンティングによるコンプトン散乱測定結果
測定時間は 20 msec × 1000 frames = 20 sec

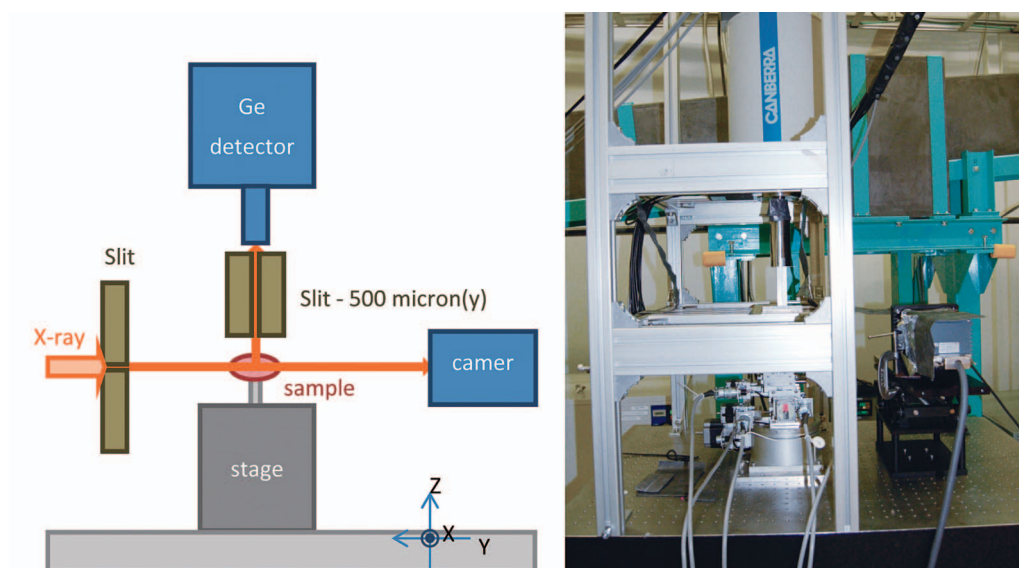


図3 (左) 90° 散乱測定装置の概念図、及び (右) 外観写真

トン散乱測定では、このようなフレームを毎秒16～50枚、計数時間取得する。図2に、Si (100) 試料からのコンプトン散乱プロファイルを示す。入射X線エネルギーは115 keV、散乱角165°であり、カメラの撮影範囲は70～90 keVである。内にする測定時間は20 msec × 1000 frames = 20 secである。画像は2×2 binningモードにて取得している。図中、赤線は画像を縦積分したプロファイルであり、横軸、左端が約70 keV、右端が90 keVである。これがコンプトンプロファイルに相当する。本カメラを導入したことにより飽和の影響が約1/50に減少している。また、散乱強度が元来大きくない試料の測定においては、大画素数での計測が可能となることで、運動量空間において4倍のpixel数での測定が可能である。

3. 90° 散乱測定用の測定装置

一般にコンプトン散乱では、高い運動量分解能を得るために180°に近い後方散乱を測定するのが一般的である。しかし、この配置では、試料以外の容器、基板などからの散乱を除去することが困難であり、容器内に封入された試料の測定は、これまでの通常の分光器の配置では、測定が難しかった。このような試料に対しては、検出器を散乱角90°の位置に配置し、散乱X線を絞ることにより、容器内の試料のみのコンプトン散乱が可能となる。本BLにおけるコンプトン散乱測定では100 keVを超えるX線を使用するため高い透過力があり、SUS等の試料セルの影響をほぼ受けない測定が可能である。

このような90°配置のコンプトン散乱測定用に検出器用のX-Yステージ、コリメーターなどの測定装置を整備した。図3に測定装置の概念図、及び写真を示す。入射X線の縦方向をスリットで整形し、縦20～100 μm、横500 μmのX線

ビームを測定試料に入射する。散乱X線は500 μm幅のスリットで制限しているので、試料内の縦20～100 μm、横500 μm × 500 μmの局所領域を観察することが可能である。散乱側スリットを通過した散乱X線はGe半導体検出器で検出し、コンプトン散乱X線の強度、エネルギープロファイルを計測することができる。この図では、試料は可動ステージ上に固定されるようになっているが、高温炉や

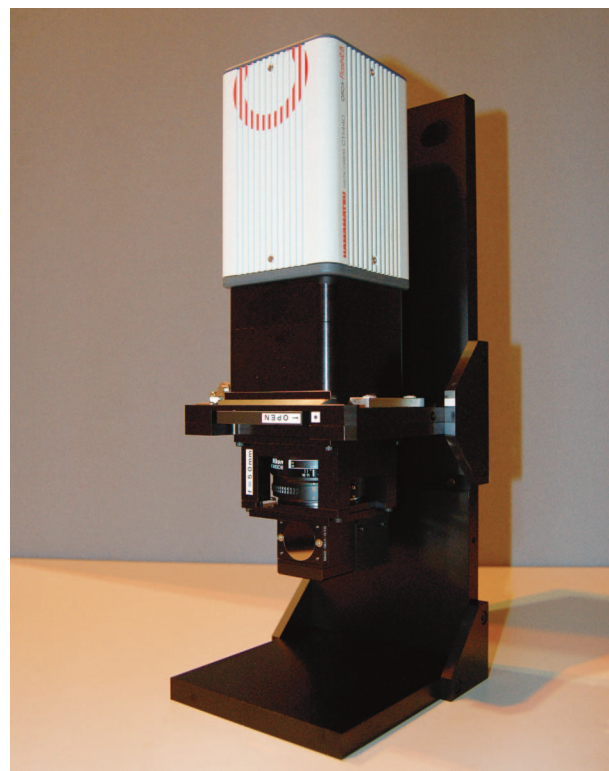


図4 浜松ホトニクス社ビームモニター (BM AA40) 及び CMOS デジタルカメラ ORCA FLASH

プラズマ発生装置などのユーザー持ち込み装置を使用する実験にも対応できるよう、検出器、コリメーターなどの各要素を個別に整備した。測定装置全体としては、各種実験に対応したアルミフレーム等の架台を準備し、それに据え付け使用する。

また、透過X線画像を取得することにより、試料内部の特定箇所のコンプトン散乱測定も可能である。試料後方に2次元X線カメラを設置し、試料のX線透過像を観察内部の構造と各部の位置決めを行うことが可能である。透過X線画像取得用の2次元X線カメラとして、浜松ホトニクス社製のビームモニター（BM AA40 図4）を導入した。デジタルカメラ部は、2. で述べた浜松ホトニクス社製、ORCA FLASHなどを使用することができる。この2次元ビームモニターは、SPring-8内の他のBLにおいて、透過イメージング用に用いられているものと同型であり、透過像取得を目的とした課題にも使用することが可能である。

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