

超伝導検出器を用いた軟X線吸収分光装置の高度化

Development of soft X-ray XAFS apparatus utilizing superconducting detector

志岐成友¹、藤井剛¹、浮辺雅宏¹、松林信行¹、北島義典²、大久保雅隆¹¹産業技術総合研究所, 〒305-8568 つくば市梅園 1-1-1²高エネルギー加速器研究機構, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1Shigetomo Shiki¹, Go Fujii¹, Masahiro Ukibe¹, Nobuyuki Matsubayashi¹, Yoshinori Kitajima², and Masataka Ohkubo¹¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, 305-8568, Japan²High Energy Accelerator Research Organization, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

1 はじめに

微量軽元素の局所構造解析を実現するため、超伝導検出器を搭載したX線吸収分光装置(SC-XAFS)を開発している。SC-XAFSは産総研で開発している100素子超伝導トンネル接合(STJ)アレイ検出器による軟X線分光器と、放射光ビームライン(BL-11A, 11B, 13A, 16A)を組み合わせたものである。SC-XAFSを用いるとおよそ1keV以下の軟エックス線領域で15eV程度のエネルギー分解能で部分蛍光収量法によるX線吸収スペクトルが測定できる[1,2]。

2015年度は試作したSTJ検出器の特性を評価するための照射実験と、装置の有効性を検証するため耐熱鋼に含まれる微量軽元素の吸収スペクトル測定を試みた。

2 実験

検出器の評価実験を2件と、吸収分光実験を行った。検出器評価の一つ目は、従来から使用している100ミクロン角検出素子のエネルギー分解能評価である。BL-11Aを利用して分光器により単色化したX線を検出器に直接照射して応答を測定した。二つ目は面積を拡大することを目的としたもので、200ミクロン角(従来の4倍の面積)の検出素子の特性評価を準備棟にて実施した。吸収スペクトル測定は、窒素・ホウ素のK吸収スペクトルの測定をBL-11Aで実施した。試料は9-Cr鋼で、軽元素(B,N)をドーピングすることによりクリープ寿命が大幅に変化することが知られており、添加量と微量軽元素の局所構造の関係が注目されている。ホウ素の添加量は100-150ppm、窒素の添加量は15~300ppmである。試料は真空中に入射光に対して45度傾けて保持した。試料に単色化した放射光を照射し、90度の方向に配置した超伝導検出器を用いて蛍光X線スペクトルを測定した。エネルギースキャンを行い、各エネルギー

ーで蛍光X線スペクトルを測定して、部分蛍光収量によりX線吸収スペクトルを求めた。

3 結果および考察

図1はSTJ検出器に400eVのX線を照射したときのスペクトルである。エネルギー分解能は最良の素子に対して6eV FWHM, 100素子アレイ全体で6.7eV ± 1.0 eVであった[3]。過去に特性X線を照射してエネルギー分解能を評価した場合に比べ、およそ2倍良い結果が得られた。結果が異なる原因は、特性X線の線幅が放射光分光器の線幅に比べて広いためと考えられる。

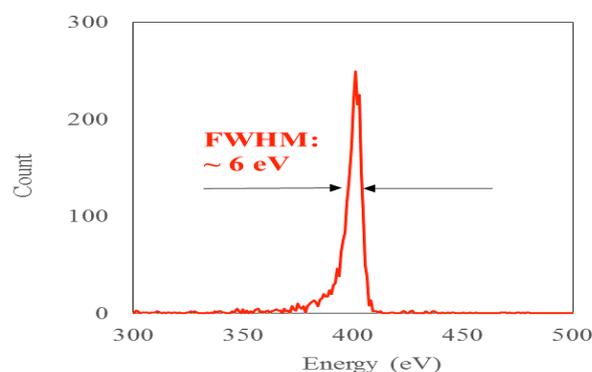


図1. 100 ミクロン角 STJ 検出器のスペクトル。

次に200ミクロン角の検出器の特性を評価した。検出器の製造歩留まりは、電流電圧特性から見積もると、およそ50%である。エネルギー分解能は最良の素子では16eV FWHMであった(図2)。このエネルギー分解能は100ミクロン角の素子より若干悪いものの、軽元素K線の分離には十分である。

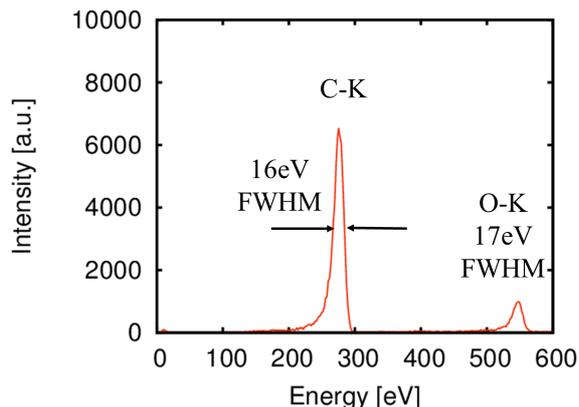


図2. 200 ミクロン角 STJ 検出器のスペクトル。

吸収分光実験の結果を図3に示す。試料は耐熱鋼でホウ素の含有量は 100-150ppm である。h-BN に特徴的な、192eV の鋭いピークが耐熱鋼からも検出された。一方、窒素吸収端における吸収スペクトルの測定から、窒素の化学状態は h-BN と異なることが示唆されている。より詳細に局所構造を解析する為、アンジュレーターを備えたビームラインにおいて実験を進めている。

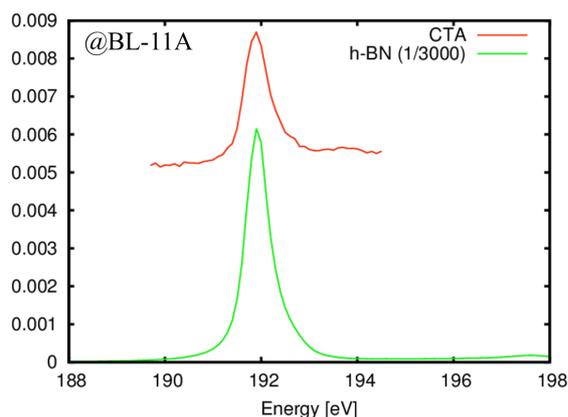


図3. 耐熱鋼のホウ素吸収端におけるX線吸収スペクトル (赤)。ホウ素が h-BN の形で含まれていることがわかる。

4 まとめ

100 素子 STJ 検出器を搭載したX線吸収分光装置の性能を測定し、エネルギー分解能の平均で 6.7eV に達することを確認した。検出器面積を拡大するため、200 ミクロン角の STJ 検出器の特性評価を行い、歩留まり 50%、エネルギー分解能 16eV を実現した。耐熱鋼中の微量軽元素の吸収分光を行い、従来測定が困難であった、ホウ素の化学状態を測定できることを確認した。

謝辞

SC -XAFS 装置の運営にあたりナノテクノロジープラットフォーム事業の支援を受けています。検出器の開発は産総研 CRAVITY (Clean Room for Analog &

digital superconductivity)の支援 ものどで実施されました。

参考文献

- [1] S. Shiki et. al, J. Low Temp. Phys. **167**, 748(2012)
- [2] M. Ohkubo et. al, Scientific reports **2**, 831 (2012)
- [3] M. Ukibe et. al., J. Low Temp. Phys. **184**, 200 (2016)

成果

- 1. 第10回浅田賞、X線分析討論会 (2015.10)

* s-shiki@aist.go.jp