

APD リニアアレイ検出器を用いた ns 時間分解 XRD による 熱伝搬可視化の基礎検討

Feasibility Study of Visualization of Thermal Flow by Ultra-Fast XRD Using APD Linear Array Detector

米山明男^{1,2}、平野馨一²、兵藤一行²、岸本俊二²

¹九州シンクロトロン光研究センター

〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生ヶ丘 8-7

²高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 放射光

〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

Akio YONEYAMA^{1,2*}, Kenichi HIRANO², Kazuyuki HYODO², and Shunji

KISHIMOTO² ¹SAGA Light Source

8-7 Yayoigaoka, Tosu, SAGA 841-0005, Japan

²Photon Factory, Institute of Materials Structure Science,

High Energy Accelerator Research Organization,

1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

1 はじめに

SDGs に代表されるエネルギー問題や環境問題を解決し、持続可能な社会を実現するためには、「省エネ化」や「廃熱利用」などを可能にする「熱の制御」（サーマルエンジニアリング）が重要で、熱の動的な可視化は不可欠な計測技術である。しかし、赤外線を用いた従来のサーモグラフィーでは、測温が表面に限定され、かつ時間分解能も 10 μ s 程度であった。そこで、本研究ではアバランシェ・フォトダイオード (APD) リニアアレイ検出器を用いた超高速 XRD による固体中の熱伝搬可視化を目的として計測系の構築を進めている。

2 計測原理 (ポンプ&プローブ法)

固体中の熱伝搬の速度は数 km/s (1 ms で数 mm) と非常に高速なため、放射光のパルス特性を利用したポンプ&プローブ (P&P) 法が適している。本法は図 1 上図に示すように、①ポンプ (パルスレーザー照射による加熱) と、②プローブ (放射光による回折 X 線等の計測) を組合せ、①と②の時間差 Δt を変えて複数回計測することで、経時的な変化を高い時間分解能で捉える方法である。

PF では電子バンチの間隔が 2 ns で運転されており、放射光も最小間隔 2 ns (500 MHz) のパルス光となっている。しかし、一般のアレイ型及び画像検出器は 500 MHz でデータを読み出すことができないため、チョッパー等を用いて、パルス放射光を間引いた計測が行われている (図 1 上図)。一方、本研究で使用した APD リニアアレイ検出器の最小露光・読出し時間は 0.5 ns である。このため、図 1 下図に示すように、間引くことなく、全てのパルス放射光を利用した計測を実現できる。さらに、 Δt を変化することなく、2 ns 毎の全ての時系列データを一度に取得することができる。

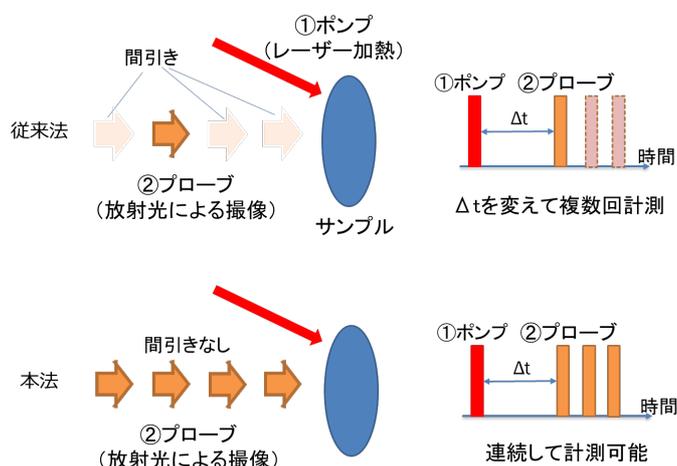
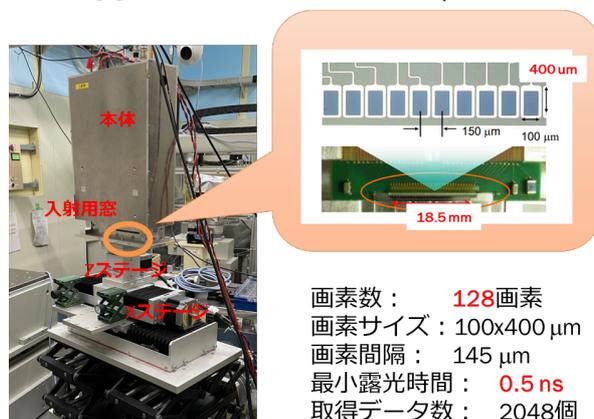


図 1 ポンプ&プローブ法の模式図。APD リニアアレイ検出器を利用することで、間引くことなく全ての放射光を利用出来る。

3 APD リニアアレイ検出器と計測システム

図 2 に APD リニアアレイ検出器の模式図と主な仕様を示す[1]。画素サイズは 100 \times 400 μ m、画素数は



画素数: 128画素
画素サイズ: 100 \times 400 μ m
画素間隔: 145 μ m
最小露光時間: 0.5 ns
取得データ数: 2048個

図 2 APD リニアアレイ検出器の模式図と仕様

128 画素、画素間隔は 145 μm である。最小露光時間（露光+読出し）は 0.5 ns で、2048 データ（1.024 μs ）連続して取得できる。本研究では、同検出器を写真のように X-Z 位置決めステージに搭載して、回折 X 線に対する位置決めを行った。

図 3 には BL-14C に構築した計測システムの信号系（左）と光学系（右）を示す。APD 検出器の参照信号には、10 倍に増幅した蓄積リングのマスタークロック信号を利用した。さらに同信号を $1/312 \times 1/200$ ($1/62,400$) 分割して 8 kHz まで遅くしてポンプ用パルスレーザーのトリガー信号とした。

BL-14 の垂直ウィグラーから出射された白色放射光は Si(220)を用いた二結晶分光器で 17.8 keV に単色化し、下流スリットで 0.5 ~ 1 mm 角に整形して試料であるアルミ箔（厚さ 12 μm ）に照射した。そして、アルミ箔の X 線回折 (Al(111)) を APD リニアアレイ検出器で検出した。ポンプ用レーザーには波長 1,064 nm の半導体レーザー（50 μJ ）を用いた。なお、アルミ箔の温度は、ペルチェ素子により -10 ~ +110 $^{\circ}\text{C}$ まで設定可能な温調器により制御した。

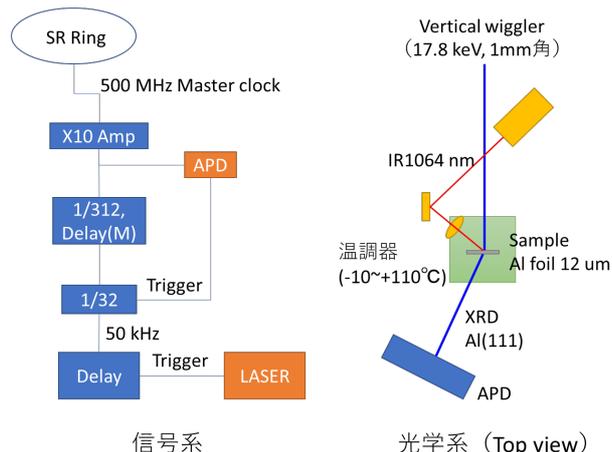


図 3 構築したシステムの信号系（左）と光学系（右）

4 結果と考察

はじめにアルミ箔の温度を温調器により -10 ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ まで変化して、温度変化に伴う回折 X 線のピークシフト（位置変化）を計測した。その結果を図 4 に示す。温度の上昇に伴って、格子面間隔が広がりピーク位置が低角側にシフトしていることが判る。シフト量は 30 K あたり 1 画素（145 μm ）で、熱膨張係数とカメラ長（780 mm）等から計算したシフト量とほぼ一致した。このため、本システムによりサンプルの温度変化を捉えられていることが判った。

次に、P&P 計測を試みた結果を図 5 に示す。像の横軸が時間（フルスケールで 1 μs ）、縦軸が APD のチャンネルである。なお、本測定期間中はハイブリッドモード運転であったために、マルチバンチの直前にレーザー照射を行った。

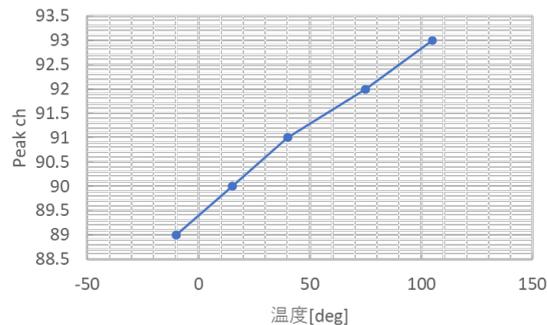


図 4 サンプルの温度変化に伴う回折 X 線 (Al(111)) のピーク位置シフトの計測結果

にレーザー照射を行った。また、積算時間は 6 時間である。本結果において、温度変化はピーク位置の変化となって現れる。しかし、詳細に解析してもピーク位置に変化は無く、熱の変化を捉えることはできなかった。この原因は、加熱用レーザーの出力が小さく、十分にサンプルを加熱できなかったためと考えられる。

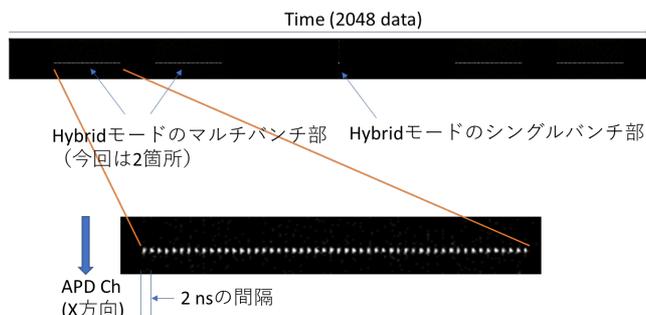


図 5 P&P の計測結果。ハイブリッドモード運転であったために、マルチバンチの直前にレーザー照射を行った。温度変化（ピークチャンネルのシフト）は検出できなかった。

5 まとめと今後

APD リニアアレイ検出器を用いた超高速 XRD による固体中の熱伝搬可視化を目的とした計測系を構築した。試料の温度変化に伴う回折 X 線のピークシフトを検出することができたが、加熱用レーザーの出力が弱く、P&P 計測では熱の変化を検出できなかった。今後は、より強力なポンプ用レーザーを用いて同計測を実施する予定である。

謝辞

本実験にあたり、東工大理学院の太田健二准教授にご協力頂きました。ここに感謝致します。

参考文献

[1] S. Kishimoto, et al., AIP Conference Proceedings 2054, 060068 (2019)

* yoneyama@saga-ls.jp