

BL37XU

分光分析

1. 概要

2006年度のBL37XUは概ね順調にユーザー実験を遂行することができた。

2. ビームライン光学系

BL37XUには、アンジュレーター光の光軸を決定するために、光学ハッチ最上流のセクションにチャンバーが設置されている。本年度はこのチャンバーの改良版を設置した。従来ではヘリウムガスによる置換が必要な構造であったが、今回は真空中で計測可能なものとしており、光軸上に挿入したベリリウム製の板からの散乱X線を半導体検出器でモニターする。光軸と検出器端面の距離は70cmであり、アンジュレーターギャップ40mmの時に、十分な計数率が得られている。本チャンバーの導入により、光軸決定を30分程度で行うことができ、より迅速な調整が可能となった。

標準型2結晶モノクロメータの第一結晶は、ピンポスト構造を有するものが用いられているが、本年度は改良版が導入された。これに伴い、冷却水流量の検討や振動調査などを行った。冷却水の流量は1.4 l/minとしたとき、X線ビームの振動と熱ドリフトとのバランスがよいことがわかった。図1に、この結晶のいくつかの角度におけるロッキングカーブを示す。

以前の結晶と比較して低角側の半値幅で10%程度の改善が見られた。

昨年度から導入を開始したMOSTABは、Ti箔からカプトン箔へ変更したことにより、5~25keVの領域にわたり使用可能となった。また、新たにMo箔を用いることで高エネルギー領域にも対応でき、ビーム利用開始から48時間という長時間にわたり、実験ハッチにおけるビーム位置を一定の場所に維持することが可能となっている。

3. 主な利用研究

BL37XUは走査型X線顕微鏡を主体とした分析ビームラインであり、およそ半数程度のシフト数、課題件数にして25件程度がマイクロビームを用いた実験であった。そのうちの20%ほどが高エネルギー X線領域でのマイクロビームを利用している。

本年度の走査型X線顕微鏡の利用例として、河床に堆積する岩石中のヒ素についての応用例について紹介する。堆積岩試料は樹脂包埋し、厚さ10 μ mに切り出して薄片を作成した。X線エネルギーは12.8keVとし、K-Bミラーにより得られた1.5 μ m²のビームを試料に照射した。Asは主に20-30 μ m程度の斑状に集積することがわかったため、1 μ m²、0.1秒/ピ

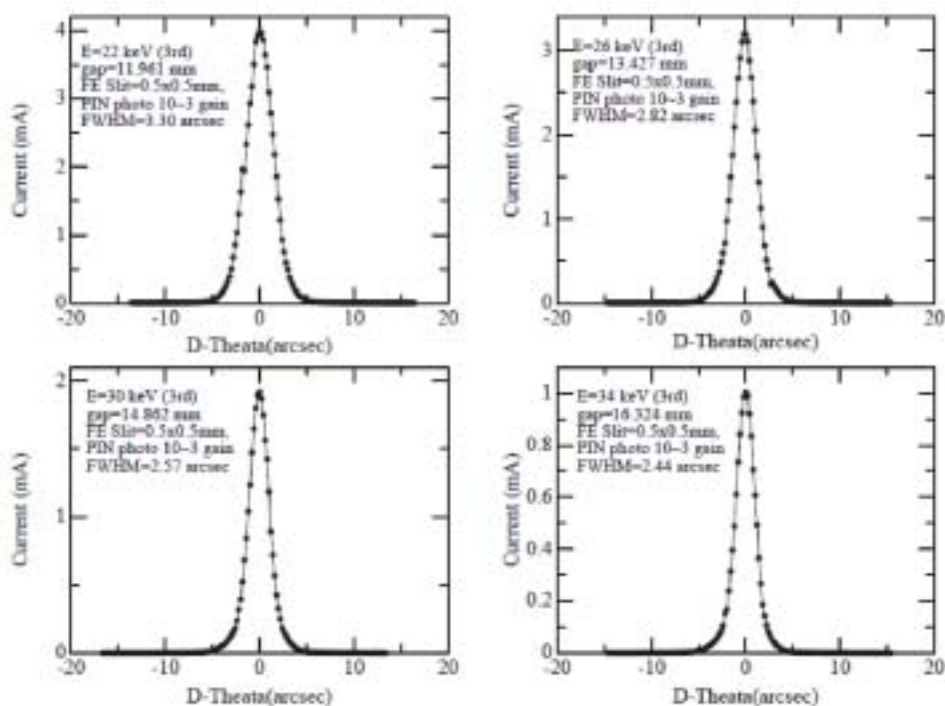


図1 新型結晶のロッキングカーブ。

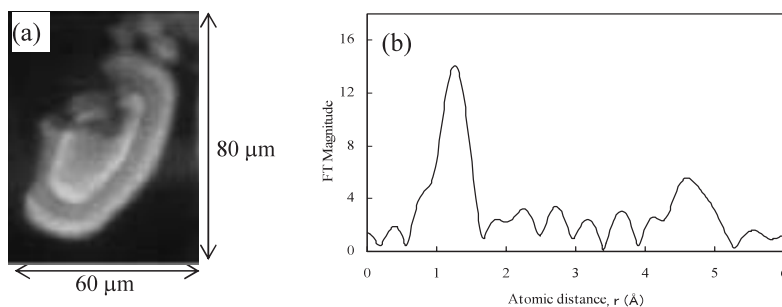


図2 (a) 鉄堆積岩試料におけるヒ素の分布. (b) As-K吸収端の動径構造関数

クセルの高分解能な条件でスキャンしたところ、図2 (a) のように楕円状の曲面を有し縞状の濃淡を持つ、非常に特徴的な集積状態を示していることが明らかとなった。この結果を基にAsの化学状態に関する知見を得るためXAFS測定を試みた。求められた動径構造関数を図2 (b) に示す。1.2Å 付近に見られるピークはAs-Oの結合に由来し、堆積岩中に蓄積しているAsは、ヒ酸塩 (AsO_4^{3-}) の形で存在していることが示唆された。さらに、図1のように特徴的なAsの分布を示す点において、透過型のDebye-Scherrer配置としたイメージングプレート上に回折パターンを記録した。20分程度の露光時間で回折パターンが計測され、ICDDカードとの比較から strengite ($\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) と帰属された。以上の結果から、堆積岩中に蓄積するAsは、共存するいくつかの鉱物種の中でも主として strengite に吸着されることが明らかになった。

利用研究促進部門 分光物性Iグループ
XAFS・分光チーム
寺田 靖子、高垣昌史