

3-4 ビームライン実験ステーション

3-4-1 共用ビームライン

BL01B1

XAFS

1. はじめに

ビームラインBL01B1では、広いエネルギー領域(3.8~117keV)に渡り、時間分解測定など多様な手法を用いたXAFS研究が実施されている。今年度も、実験ステーションに大きなトラブルがなく、概ね順調にユーザー利用に供された。最新の状況、マニュアル、ユーザータイムなどの各種情報はBL01B1のホームページ(<http://bl01b1.spring8.or.jp/>)に掲載されている。

2. 分光器駆動速度可変式Quick scan XAFS計測プログラムの整備

Quick scan法は、分光器を連続的に走引しながら、指定したタイミングでX線強度データと分光器角度データを同時に計測器のメモリに格納しXAFS測定を行う方式である。測定エネルギー1点毎に分光器の角度を移動しては止めるStep scan法に比べ、分光器の加減速や機器間の通信などに要する時間ロスがなく、短時間で質の高いXAFS測定が実現されている。Quick scan法を用いることにより、高濃度試料に対する透過法による測定では、10秒~1分程度の時間で、十分に解析に耐えるXAFSスペクトルが取得できる。一方、ライトル検出器を用いた希薄試料の蛍光

XAFS測定においても、イオンチャンバーと同様に検出器のイオン化電流を測定するため、透過法と同じ測定システムでQuick scan法を利用できる。

一般に、吸収端から離れたエネルギー(光電子波数 k の大きい)領域ほど、EXAFS振動は小さくなる。そのため、空間分解能の高いEXAFS解析を行うためには、吸収端から離れたエネルギー領域ほど計測時間をかけて測定することが望ましい。特に、希薄試料のXAFS計測においては必須である。しかしながら、従来のQuick XAFS法では、分光器を一定の駆動速度でスキャンするため、計測時間はエネルギー領域によらず一定に制限されていた。そこで今回、最大10ブロックまで測定領域を分割し、各測定領域における分光器の駆動速度を制御することにより、エネルギー領域に応じて計測時間を変えることのできるQuick scanプログラムを新たに整備した(図1)。このプログラムでは、各ブロックの切替位置において、VMEパルスモーターコントローラーに分光器駆動速度を変更するコマンドを送付する。このコマンド送付の際にも、分光器は停止しないため、連続測定が継続される。このプログラムにより、低濃度試料に対しても、より効率的に質の高いXAFSスペクトルを計測することが可能となった。

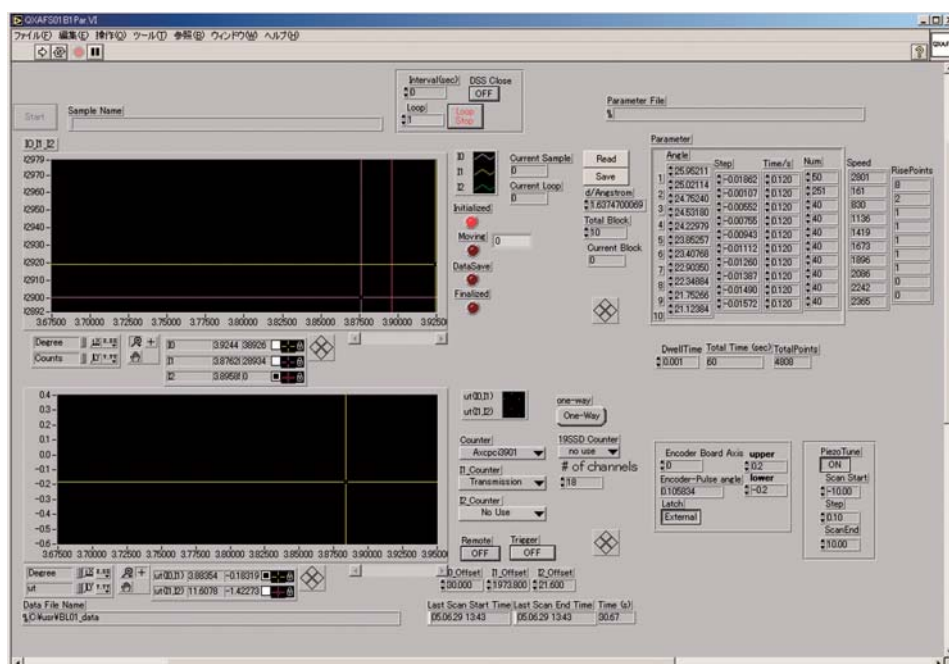


図1 ブロック分けが可能な分光器駆動速度可変式Quick Scan XAFS計測プログラム。

3. 19素子Ge-SSD用Quick scanプログラムの整備

極希薄試料や薄膜試料に対するXAFS測定は、19素子Ge-SSDを用いている。SSDの信号処理には、前年度より、デジタルシグナル処理方式のXMAPシステム（XIA社）の運用を開始している。XMAPシステムの導入により、蛍光X線の計測エネルギー領域の設定などが非常に簡便になり、従来1時間程要していたSSDの調整が、10分程度に大幅に短縮されている。

今年度は、XIA社により新たに開発された計測エネルギー領域内の蛍光X線強度をXMAPのメモリに格納するソフトを導入することにより、19素子SSDを用いたQuick Scan XAFS法の開発を行った。これにより、1スペクトルの計測時間を20分ほど短縮した。

19素子SSDで計測することが必要な希薄試料では、蛍光X線強度が微弱であるため、EXAFS領域まで質の高いXAFSスペクトルを計測するには、長い計測時間が必要である。この点においては、Quick scan法導入の恩恵はそれほど大きいとはいえない。しかしながら、XANES領域の測定では、短時間でも十分な質のスペクトルが得られるため、10秒～分オーダーの時分解能で、価数変化に伴う吸収端シフトや配位の変化を追跡することが可能となった。また、生体試料など放射線劣化の恐れのある試料の測定や、試料の吸収端ジャンプ量を短時間でチェックする場合にも有用である。19素子SSDを用いた計測に対しても、2節で述べたブロック分け可能なQuick scan XAFSプログラムを用いることが可能である。

4. 一酸化炭素（CO）除害装置の導入

近年、触媒や燃料電池などの研究においては、反応性ガスを使用したin-situ実験が数多く行われるようになってきている。BL01B1では、前年度までにユーザーの利用頻度の高い可燃性ガス、 H_2S 、 NO 、 NH_3 の反応性ガスを無害化する処理装置やインターロックシステムの導入などを行ってきた。今年度は、COを使用する実験にも対応できるようにCO除害装置を新たに導入した（図2）。本装置は、Pt触媒を用いた触媒方式を採用しており、100%-COを100ml/minの流量で連続的に処理することができる。またインターロックシステムと連動する外部出力機能を有しており、装置に異常が発生した際には装置が自動的に停止すると共に反応性ガスの供給を停止するようになっている。最新の情報、利用申請等はDispersive XAFSステーションのホームページ (<http://bl28xafs.spring8.or.jp/gas/gas.html>) を参照されたい。

利用研究促進部門

分光物性 I グループ XAFS・分析チーム

谷田 肇、加藤 和男

宇留賀 朋哉



図2 CO除害装置