

### 3-3 実験ステーション

#### 3-3-1 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はなく、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. 低真空度調整試料セルの開発

圧力相変化する試料に対するin-situ XAFS測定を行うことを目的として、試料の真空度を大気圧～ $10^{-2}$ Paの範囲で調整・保持可能な試料セルを開発した。真空度の調整には、バリアブルリークバルブを用いた。試料セルには、透過XAFS法および蛍光XAFS法の両方が行えるようX線窓を設けた。また、ライトル検出器を用いた蛍光XAFS計測を容易にすることを目的として、ライトル検出器用の試料セル支持台を併せて開発した（図1）。本試料セルとライトル検出器を用い、錯体の圧力相転移に対するXAFSスペクトル計測が良好に行われた。

#### 3. コンプレッサ型クライオスタット使用低温XAFS計測法の高度化

コンプレッサ型クライオスタットのコントローラーを新

型機種に更新し、ユーザーPCから温度制御パラメーターの設定を行えるように制御システムを構築した。これに伴い、試料温度を連続的に変えながら自動クイックXAFS測定を行うことが可能となり、計測の迅速化およびユーザーの負担軽減が実現された。また、クライオスタットの冷却ヘッド部分の改造を行い、薄膜試料に対する斜入射XAFS測定用ステージや、ユーザー持込の試料セルの取り付け交換を容易にした。

#### 4. 高温XAFS計測法の高度化

近年、in-situ環境下で試料を加熱昇温しながらXAFS測定を行う研究が数多く行われている。BL01B1ではこれまでに、様々な試料の形状や実験条件に対応した電気炉の開発および、温度制御下での自動XAFS測定プログラムの開発などを行ってきた。

今回新たに、ユーザーPCから温度制御パラメーター（設定温度、昇温・降温速度、保持時間、PIDパラメーター）を設定できるよう制御プログラムを改良した（図2）。このプログラムでは、試料の加熱条件とXAFS測定を行う時間間隔をブロック毎に設定できるようになっており、最大360ブロックまで設定することができる。また、測定条件や温度制御パラメーターはユーザーPCにファイル保存できる。これにより、加熱条件や電気炉を交換した際の温度制御パラメーターの変更作業が簡素化され、パラメータ

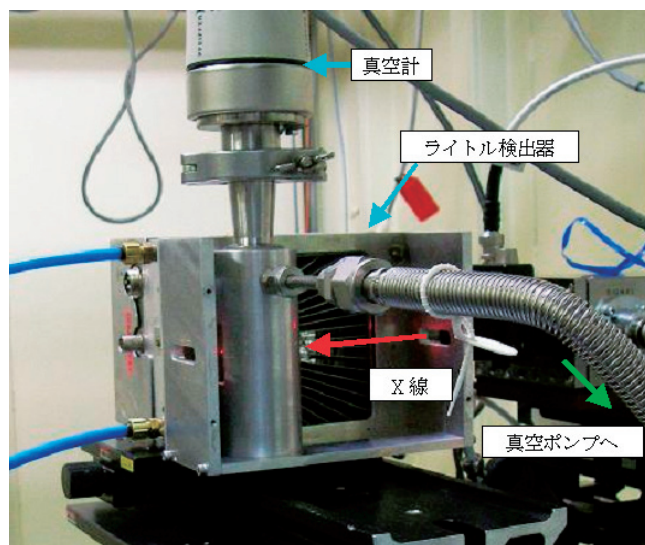
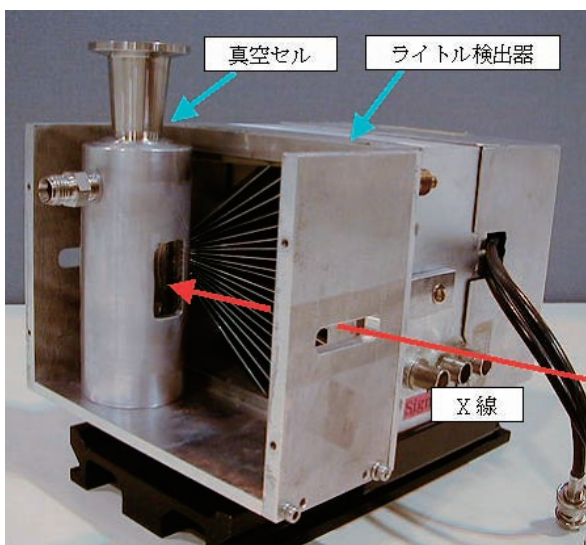


図1 ライトル検出器に組み付けた低真空度調整試料セル概観 (a) と、実験定盤上で真空計と排気系を接続した状態 (b)。

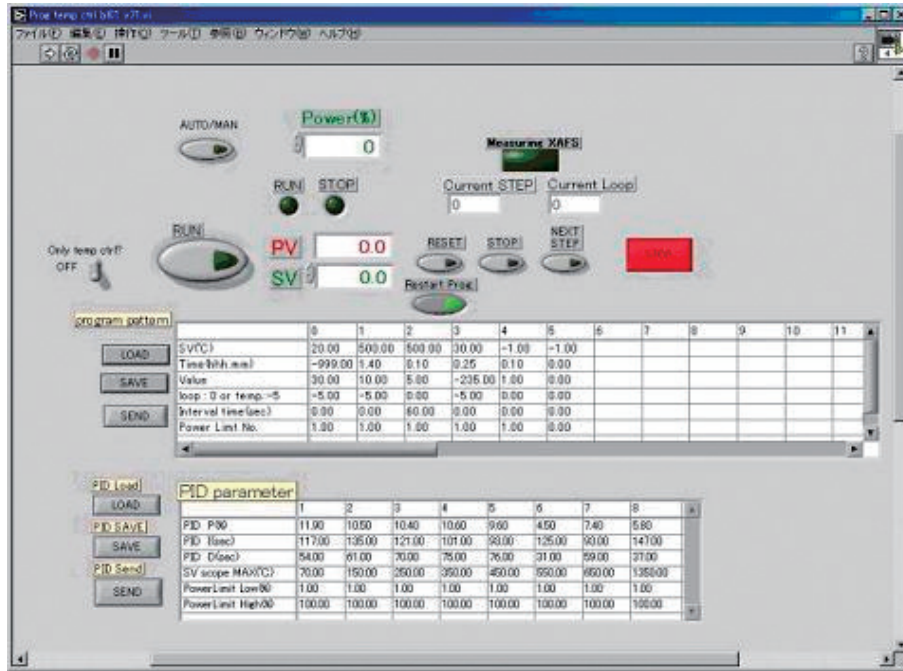


図2 電気炉温度制御・XAFS自動測定プログラム

ーの入力ミスも解消された。

### 5. 斜入射深さ分解XAFS法の整備

BL37XUにおいて開発を進めてきた深さ分解XAFS測定法を、BL01B1においても斜入射配置により薄膜試料に対する計測が行えるよう整備を行った (図3)。テストスタディにより、測定対象元素の濃度が高い薄膜試料に対して、数十nmの深さ分解能で計測を行うケースでは、BL01B1の入射光強度でも2～3時間程度で測定可能であることが確

認された。一方、希薄試料や数nmの深さ分解能が必要なケースでは、アンジュレータビームラインの高輝度光を用いた計測が必要である。

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

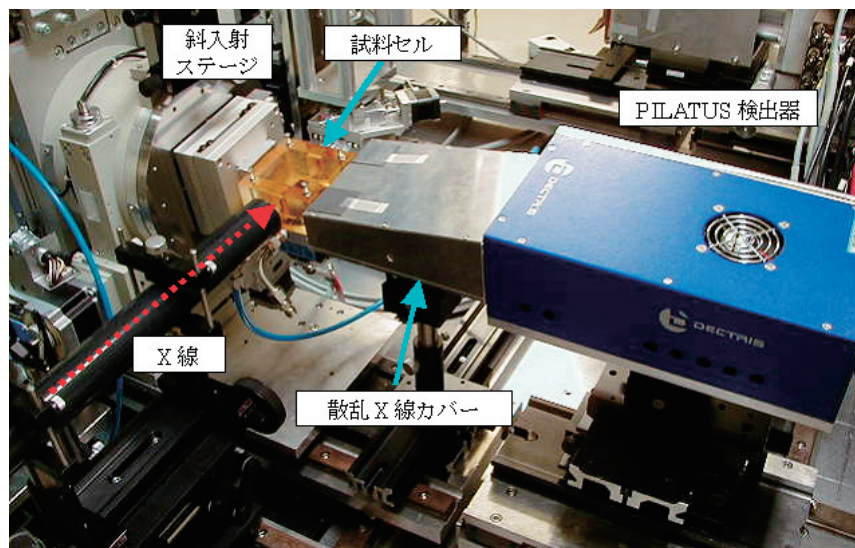


図3 斜入射深さ分解XAFS計測の機器配置