

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（3.8～117 keV）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。2009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。最新のビームラインの状況、マニュアルなどの各種情報はBL01B1のホームページ (<http://bl01b1.spring8.or.jp/>) に掲載されている。

2. ガス吹付け式低温XAFS計測法の構築

最近、試料雰囲気を大気圧下に保持した状態で低温相転移や熱膨張に伴う局所構造・電子状態の変化を解明することを目的としたXAFS計測が要望されてきている。これを実現するため、ガス吹き付け型冷凍機を用いた低温XAFS計測法の構築を行った（図1）。試料セルは、ボロンシリケートガラスキャピラリーを用いた。使用エネルギーに対する試料およびキャピラリーによる吸収を考慮してキャピラリーの径を選定した。低エネルギー領域（5～10 keV）の測定に対しては、内径0.5 mmのキャピラリーを、高エネルギー領域（15～30 keV）の測定に対しては、内径1 mmのキャピラリーを選定した。キャピラリーは断面が円形であるため、X線の入射位置により試料の吸収厚さが変化する。XAFS計測中の試料吸収厚さの変動をできるだけ抑えるため、キャピラリーの中心をX線が透過するように、ゴニオメーターと自動Zステージを用いて位置調整を精密に行う方式を導入した。テスト試料としてシアノ錯体を用い、100～300 Kにおいて透過法XAFS測定を行い、 $k=15 \text{ \AA}^{-1}$ 付近まで良好なXAFSスペクトルを計測できることを確認した。また、高質なXAFSスペクトルを得るには、試料粉末をキャピラリーに均一かつ密に充填することが必須であることが判明したため、試料充填方法の検討を現在進めている。

3. 繰り返し反応に対するマイクロ秒時間分解XAFS法の開発

繰り返し反応や動作が可能な物質材料・デバイスに対し、反応・動作中のターゲット元素の局所構造・化学状態の変化をマイクロ秒オーダーの時間分解能で連続追跡するための時間分解蛍光XAFS測定法を開発した。入射X線の計測にはイオンチェンバーを用い、出力電圧をADコンバーター（ADC）のメモリに格納する方式とした。試料状態のモニター出力（電流・電圧など）も同じADCのメモ

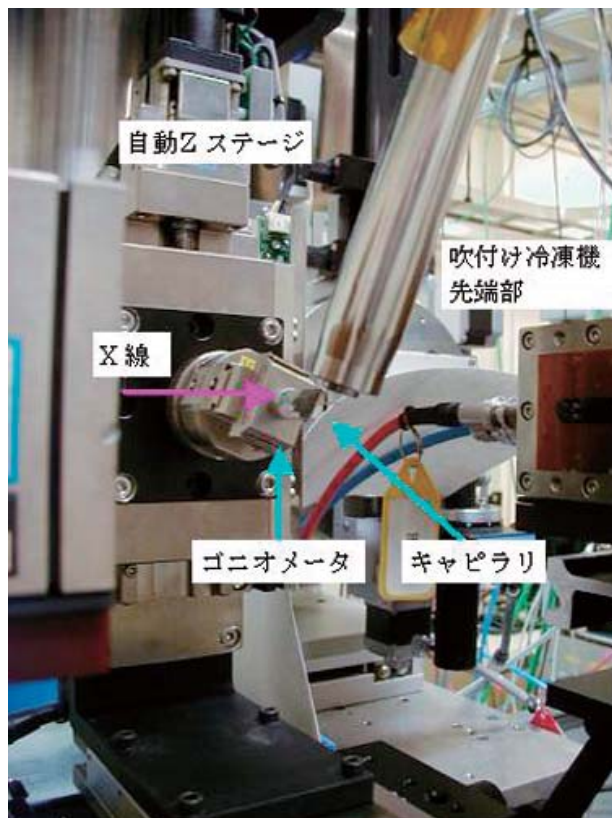


図1

りに格納する。また、蛍光X線の計測には高速プラスチックシンチレーター付き光電子増倍管（PMT）をフォトンカウンティングモードで使い、出力パルス電圧をマルチチャンネルスケーラー（MCS）に格納する方式とした。ADCとMCSの同期制御は、試料への反応開始トリガーパルスを両計測器に同時に送付することにより行った。圧電材料薄膜デバイスに対するテスト測定を行い、繰り返し交流電場印加中における各原子の動的挙動を10 μs の時間分解で連続追跡することに成功した。

4. イオンチェンバー用ガス混合システムの開発

BL01B1では、イオンチェンバー用のガスとして、広い計測エネルギー範囲に対応できるように、ガス種および混合比を調整したポンペを9種類用意していた。このシステムでは、ガスラインの接続や流量切り替えを手動で行うため、頻度は少ないがユーザーの作業ミスによりXAFSデータの劣化が起ることがあった。この解消を目的として、イオ

ンチャンパーに流すガス種 (He, N₂, ArおよびKr)、流量および混合比をPCから調整できるガス混合システムの開発を行った。図2に本システムの構成を示す。本システムは、イオンチャンパー (I0, I1) 用とライトル検出器用の各系統を独立に調整することが可能である。ガス種を選択は、マニホールド電磁弁等で行い、ガスの流量および混合比はマスフローコントローラーで行う。電磁弁およびマスフローコントローラーは、制御プログラムによってユーザーPCからLAN経由で制御可能なインターフェースボックスを介して制御される (図3)。ユーザーは、制御プログラム画面上で、ガス種および混合比の選択とフラッシング時間の入力を行うだけで、最適な流量と混合比を簡便に調整できるようになっている。このシステムの導入により、ガスボンベ管理も簡素化された。

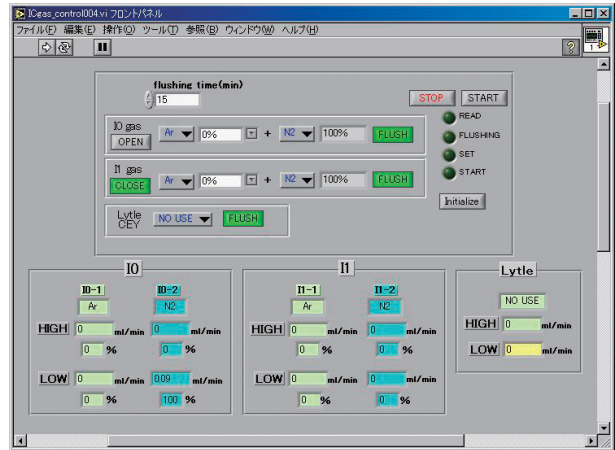


図3

利用研究促進部門 分光物性 I グループ

谷田 肇、加藤 和男

宇留賀 朋哉

記号	名称
	減圧器
	逆止弁
	3方電磁弁
	2方電磁弁
	4通マニホールド電磁弁

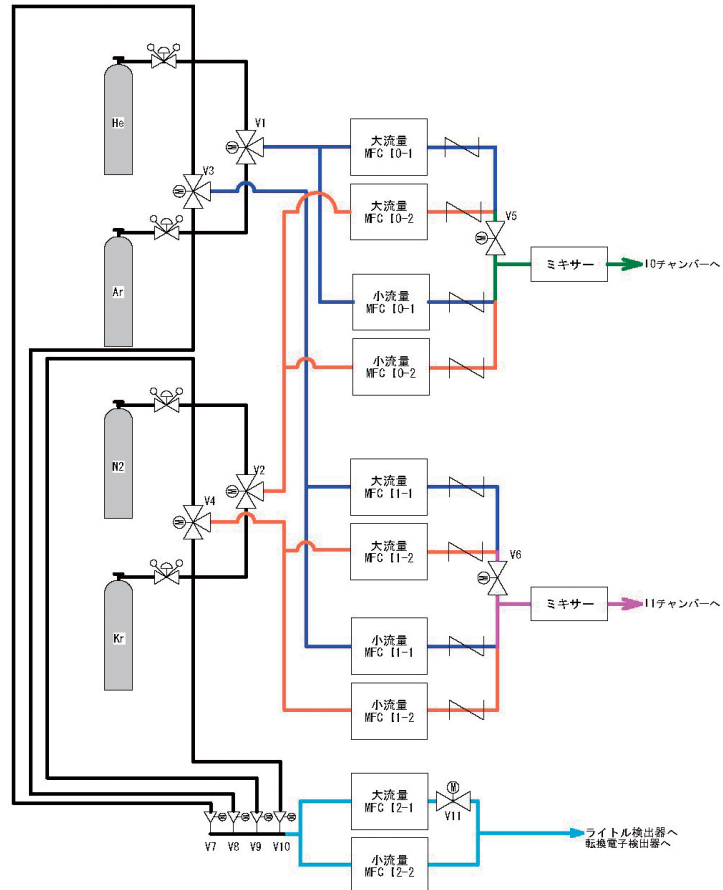


図2