

BL33XU 豊田ビームライン

1. はじめに

(株)豊田中央研究所の専用ビームラインであるBL33XU(豊田ビームライン)を(独)理化学研究所と(財)高輝度光科学研究所の協力を得て建設した。

BL33XUはXAFSによる動的化学反応を解析することを主たる目的としている。持続可能な未来社会にとって重要な、触媒、二次電池、燃料電池の開発に資することを狙っている。

本ビームラインは2009年4月3日にコミッショニングを行った。第1サイクルに実験ハッチ内の光学機器の設置を行い、第2サイクルから調整、実験装置の整備、利用を同時並行的に進めた。夏期停止期間までに、所期の性能が出ていることを確認することができた。夏期停止期間後の2009B期からは、ユーザ用測定ソフトの作成と利用を同時並行的に進めた。2010年3月の春期停止期間中に、第2分光器の設置を行い、2年間に渡るビームライン建設を一段落させた。

2. BL33XUの特長

2-1 全体構成

図1に本ビームラインの全体図を示す。収納部にテーパ付きアンジュレータとSPRING-8標準仕様のフロントエンドを設置した。リング棟内に光学ハッチがあり、1対(M1、M2)の横はねミラーで、輸送パイプを経由して、リング棟の外の専用実験棟(豊田ビームライン実験棟)に光を導いた。実験ハッチ1にある2つのコンパクト分光器を切替えて用い、1対(M3、M4)の縦はねミラーで高調波をカットし、実験ハッチ2のXAFS装置に光を導いた。アンジュレータ、M1~M4、コンパクト分光器の詳細は2008年度年報に記したとおりである。

2-2 クイックXAFSの性能

図2にgap=14 mmの時のアンジュレータスペクトルを示す。3つのスペクトルは、それぞれ、テーパなし、テーパ0.5mm、テーパ2.0 mmに対応している。参考のために挿入したCuのXAFSスペクトルと比較すれば、テーパ0.5 mmではXANES領域を、テーパ2.0 mmではEXAFS領域をカバーし、XAFS測定の際に、gapを動かす必要がないことがわかる。

コンパクト分光器は、チャンネルカットしたSi単結晶を、磁気シールを介してサーボモータで駆動する方式であり、従来に比べて高速にスキャンできる(図3)。テーパアンジュレータとコンパクト分光器を組み合わせれば、これまでにない、高速クイックXAFSが期待できる。図4、5にその

結果を示した。所期の目標通りXANESでは、10 ms、EXAFSでは25 msで1スペクトルが得られることを確認した。これらの結果により、ユーザが使用するXAFS測定モードとして表1に示す、3つのモードを用意した。

表1 XAFS測定モード

スキャンモード	エネルギー・スキャンの方法	最短測定時間	測定方法
step	アンジュレータのgapと分光器の角度を連動させてエネルギー・スキャンを行う(最高感度)	30sec	透過法
continuous	gapを固定して、分光器の角度だけ所定の範囲動かす	数sec	蛍光収量法
super quick	gapを固定して、分光器を往復振動させる(最高速度)	10msec	転換電子収量法

2-3 その場観察

実験ハッチ2にはin situ XAFS実験用にモデルガスを用いた高速ガス反応解析システムを設置した(図6)。加熱セル中の試料のダイナミックな反応解析が行えるように、独立した3系統のガス供給系と高速ガス切替器を有したガス供給システム、および数種類のガス種を50 msec間隔で分析することを可能とするガス分析系(質量分析器)から構成されている。試料温度、ガスの種類と流量、XAFS測定モードは自由にプログラミング可能で、スタートボタンを押すだけで、一連の測定およびデータ収集が自動的に進むようにした。

3. 利用状況

2008Aは201シフト全部を、時間分解ビームラインの立上げに費やした。2009Bは264シフトのうち、225シフトを時間分解ビームラインの立上げとその場観察XAFS解析システムの構築に利用した。残り39シフトは社内ユーザによるXAFS実験に使用した。実験テーマは排気浄化触媒、二次電池、磁石材料に関するものであった。利用と測定系の開発を同時並行で進めた結果、比較的短期間で、ユーザフレンドリなビームラインを完成させることができた。

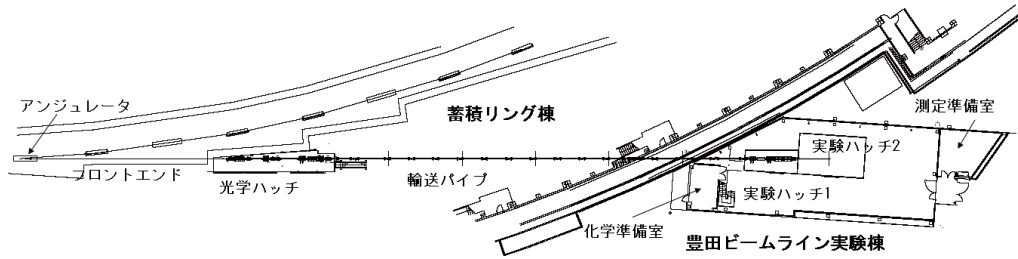


図1 全体構成

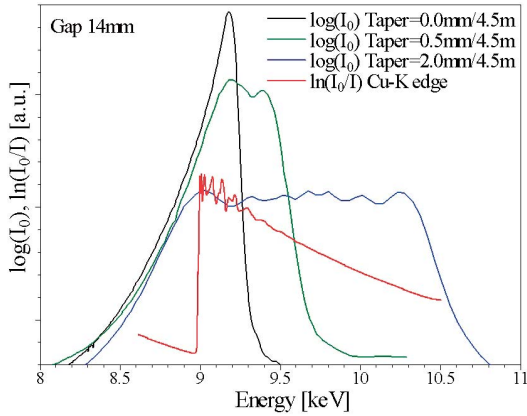


図2 テーパーアンジュレータのスペクトル

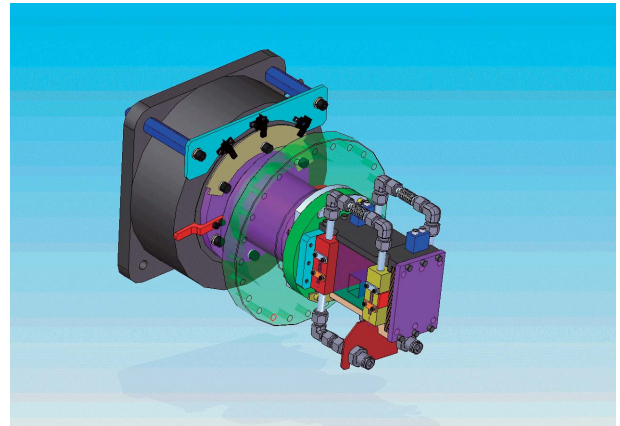


図3 コンパクト分光器

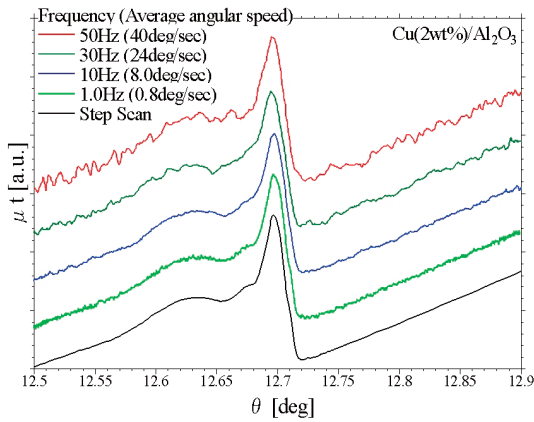


図4 XANESスペクトル

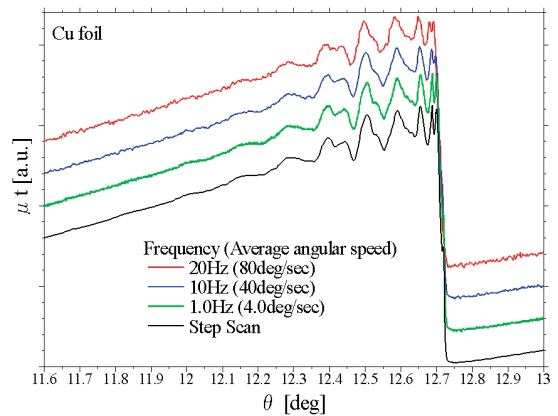


図5 EXAFSスペクトル

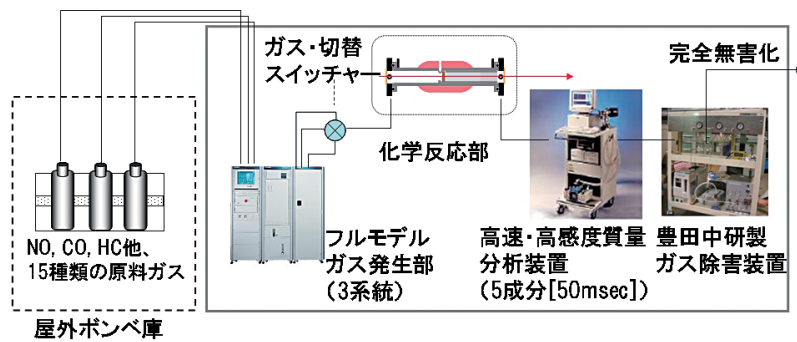


図6 その場観察システム

(株)豊田中央研究所 分析・計測部
 広瀬 美治