

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、微量元素測定や時間分解測定など多様な手法を用いたXAFS利用研究が展開実施されている。2010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. 連続スキャン式高速走査型 2次元イメージングXAFSシステムの構築

近年、特にデバイスや地球・環境物質を対象とする研究分野において、元素分布あるいは、化学状態分布を持つ試料に対するXAFS測定の要望が増えつつある。このような測定に対して、BL01B1では走査型 2次元イメージング法がこれまで適用されてきた。従来は、各測定点に試料を移動、停止した後、XAFS計測を行うというステップスキャン方式が用いられてきた。しかしながら、広い測定領域の測定や高い空間分解能が必要な測定では、測定点数が多くなり、計測に要する時間が長くなるという欠点があった。そこでクイックXAFS法に用いられている連続スキャン方式（on the fly方式）を応用して、高速な走査型 2次元イメージングXAFS法の開発を開始した。

連続スキャン式の走査型 2次元イメージング計測の概要を図1に示す。試料はステッピングモーターコントローラーによって制御される自動XZステージにマウントされ、

指定された始点から終点までを停止せず、連続的に走引する。ステッピングモーターコントローラーは予め指定したパルス値（位置）毎にTTL信号を出力するよう設定する。出力TTL信号は信号反転モジュールによって反転させられた後、X線検出器用の計測回路にゲート信号として入力する。これにより、連続的に走引されている試料の位置情報とX線強度を同じタイミングで計測することが可能となる。この方式により、正味の計測時間以外に要する時間がほとんどなくなるため、迅速な2次元イメージングが可能となる。この2次元イメージング法を分光器によりエネルギーを変えながら繰り返し計測することで、2次元イメージングXAFS計測が実現される。

図2に本システムにより計測された燃料電池電極(MEA)の2次元X線吸収イメージを示す。出力データ形式は従来のステップスキャン方式の2次元イメージングのデータと同じ形式であり、従来の表示プログラムにより、X線吸収量の2次元マップ等が表示できる。図2では、左から試料入射前と試料透過後のX線強度、両者から計算された試料によるX線吸収量をそれぞれ示している。本システムを利用して目的とする元素の吸収端前後の2次元像を計測することにより、試料中の元素分布を高速かつ容易に把握することが可能になった。今後、本手法をXAFS計測に適用するスタディ及びデータ処理ソフトの開発を進め、試料中の任意の位置における注目元素周囲の迅速な局所構造解析を実現する予定である。

On the fly 2D transmission system

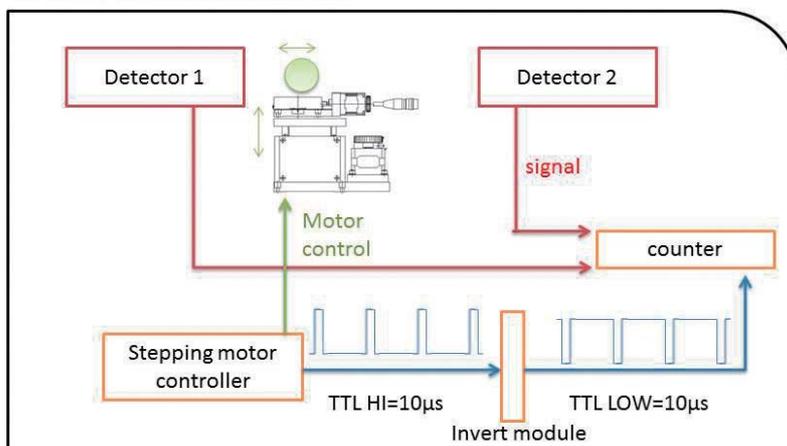


図1 連続スキャン式走査型 2次元イメージング計測法の概念図

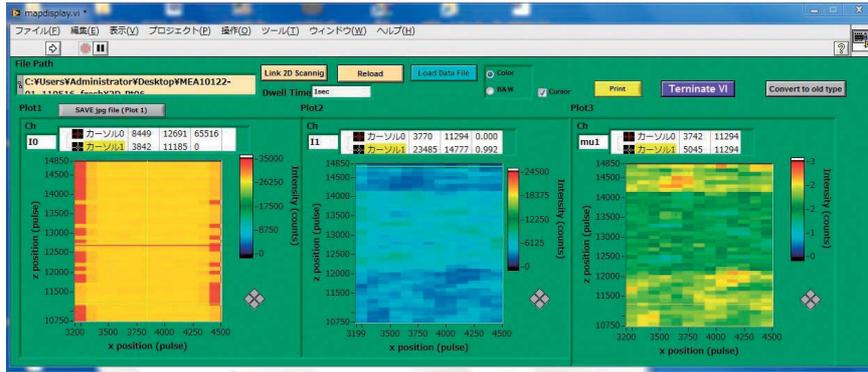


図2 燃料電池電極 (MEA) の2次元X線吸収イメージ

3. ガス供給除害設備への水蒸気除去用冷却トラップの設置

反応性ガスを用いたin-situ実験において、これまで反応セルから排出された水蒸気を含む生成ガスは、直接ビームラインのガス供給除害設備の排気口に排出していた。しかし、大量の水が生成するような反応条件によっては、排気管の途中で発生する凝縮水が、配管の詰まりや計器類の故障、誤動作の原因となっていた。そこで、排気口に水蒸気除去の冷却トラップを開発し設置した (図3)。本装置は2重構造になっており、装置内部に冷却水を循環させることによって排気ガス中に含まれる水蒸気を凝縮させて捕集する。本装置の導入により、上記のトラブルが解消された。

利用研究促進部門 分光物性Iグループ
 新田 清文、加藤 和男
 宇留賀 朋哉



図3 ガス供給除害設備向けの水蒸気除去用冷却トラップ