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研究が実施されている。2011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. X線ガイドチューブを用いた集光システムの導入

最近、微小試料や小体積の試料セルを用いたin-situ計測 など、試料上のX線照射面積が1 mm²以下のXAFS測定 に対するニーズが高まっている。そこで、できるだけフラ ックスが高く100 µm²程度以下のビームを形成できるX線 集光光学素子の導入の検討を行った。この程度のサイズの X線を得る集光光学素子としては、ミラー、屈折レンズ、 ゾーンプレート、キャピラリ等が考えられる。この中で、 キャピラリは、(1) ゾーンプレート、屈折レンズに比べ受 光開口が大きいため高いフラックスが得られる点、(2) 色 収差がないためXAFS計測を行うエネルギー領域にわた り焦点を固定できる点、(3) 入射光と同一軸上に集光点が ある(軸対称系) ため容易に集光/非集光ビームの切り替 えを行える点、などの利点がある。キャピラリの中で、シ ングルキャピラリ(X線ガイドチューブ、以下XGT) は ポリキャピラリに比べて、スループットが高い点、焦点深 度が深い点、ワーキングディスタンスが長い点などの利点 があり、偏向電磁石ビームラインであるBL01B1における XAFS計測に適した集光系と考えられる。そこでXGTを 用いた集光システムの性能評価を行った。

2-1 集光性能

測定に用いたXGTは、堀場製作所製XGT(入射側開口: φ 790 µm、出射側開口: φ 590 µm、テーパー角:0.95 mrad、 有効長さ:210 mm、ワーキングディスタンス:340 mm) である。評価実験は、X線エネルギー:8 keV、分光器結晶 面:Si(111)、輸送系ミラー傾き角:4 mradで行った。図1 に集光点(D=300 mm)における集光X線像(左)と強度プ ロファイル(右)を示す。半値幅:57.5 µm(H)×59.6 µm(V) の集光X線が得られることが分かった。また、集光点での X線の強度は2.5 × 10⁹ photons/sec であり、入射強度 (5.5 × 10⁹ photons/sec であり、入射強度 られた。スリットによってビームを同サイズに整形した場 合は1.1 × 10⁸ photons/sec 程度であるので、約20倍の強 度が得られることが分かった。

2-2 XAFS スペクトルの質

図2に、通常の輸送系ミラーによる上下集光ビームを用 いて測定した場合と、XGTにより2次元集光したX線を





図1 XGTによる集光X線像と集光プロファイル



図2 通常ビームとXGT集光ビームによるPt箔のPt L_{III}-端透過 法XAFS スペクトル

用いて測定した場合のPt foilの規格化XAFSスペクトルの 比較を示す。通常ビームのスペクトルと同程度の質のスペ クトルが得られることが分かった。

3. グローブボックス及び簡易型ガス循環装置の設置

Liイオン電池のLi箔のような水分や酸素との反応性が 高い試料を、不活性ガス雰囲気下で試料セルに封入するた めのグローブボックス及び簡易型ガス循環装置を側室に整 備した(図3)。グローブボックスは試料調整作業を容易に するために内圧調整器や内部電源を有する。循環装置とグ ローブボックスを接続し循環精製運転することにより、グ



図3 グローブボックス及び簡易型ガス循環装置

大型放射光施設の現状と高度化

ローブボックス本体内部の不活性ガス及びボックス内部か ら発生する水分等を除去する。本装置の導入により、水分 や酸素を除いた状態での試料の調整が容易になり、より望 ましい試料状態でXAFS測定を行うことが可能となった。

> 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