

BL14B2 産業利用Ⅱ

1. 概要

BL14B2は産業分野のXAFS測定を対象とした偏向電磁石を光源としたビームラインであり、簡便で高能率なXAFS測定を目指して研究支援及び機器開発を行っている。2011年度は、2010年度に開発したXAFS測定データの自動変換システム「Auto-Data Converter」(2010年度SPRING-8年報参照)を2吸収端連続測定及び19素子ゲルマニウム半導体検出器(19素子SSD)を用いた蛍光法へ対応させ、更なる省力化と高能率化を進めた。また、多様な雰囲気下における測定の利便性向上と高効率化を進めるために、反応性ガス雰囲気下in-situ XAFS測定においてユーザの負担軽減及び操作ミスの回避を目的としたガス制御装置の整備と、低温測定の高効率化を目的として、高い冷却能力を備えた冷凍機を導入した。これらの詳細を以下に示す。

2. XAFS測定データ変換の自動化

光学機器調整の完全自動化「Auto-Optics」、自動XAFS測定システム「Auto-XAFS」を開発・導入してきたことにより、実験能率の大幅な向上で従来以上に多くのXAFS測定が行えるようになった。更に、透過法で測定したデータを自動で変換するプログラム「Auto-Data Converter」の開発を行い、既存のQXAFS測定プログラムに組み込むことにより測定からデータ変換までの自動化を実現した。

2011年度は、「Auto-Data Converter」を改良し、2吸収端連続測定へ対応させた。さらに19素子SSDを用いた蛍光法へも対応させ、更なる利便性の向上と効率化を進めた。これらの機能を追加したQXAFSプログラムのフロントパネルにおける自動データ変換を設定する部分を図1に

示す。これまでは、元素番号が連続する2つの吸収端を同時に測定した場合、測定データを吸収端毎に手動で分割した後、それらのデータを解析可能な形式に変換していた。自動化によってデータ変換パラメータとして2つの測定吸収端を予め設定しておけば、測定終了後1つの測定データから2つの吸収端における変換データファイルが出力されるように改良した。

19素子SSDを用いて測定した蛍光法のデータ変換において、数え落とし補正を施して解析可能なデータ形式に変換する機能を持たせた。なお、試料からの回折を検出するなどして良好なデータが得られなかった素子のデータを除外するため、素子毎にenable/disableを選択する機能を持たせた。これにより2011年度で透過法、蛍光法、及び転換電子収量法におけるXAFS測定データの自動変換が可能となり、自動的かつ高速にデータ変換処理を行うことにより、測定結果の確認が迅速に行えるようになった。

3. 反応性ガス雰囲気下in-situ XAFS測定用ガス制御装置の導入

反応性ガス雰囲気下におけるin-situ XAFS実験を行う際に、実験ハッチ内にガス混合器(マスフローコントローラー(MFC)及びオートプレッシャーレギュレータ(APR)、バルブ)を設置し、ガス種を選択や流量の調整等を行っている。試料雰囲気の切替を実験ハッチ外の制御パソコンから迅速に行うため、2系統分の混合ガスを調整できるようにガス混合部においてMFCを1系統増設(図2)するとともに、電磁バルブを導入して自動でバルブを開閉できるように改良した。更に、それら2種類の混合ガスを任意に切り替えて、一方を実験セルにもう一方を排気ラインに流

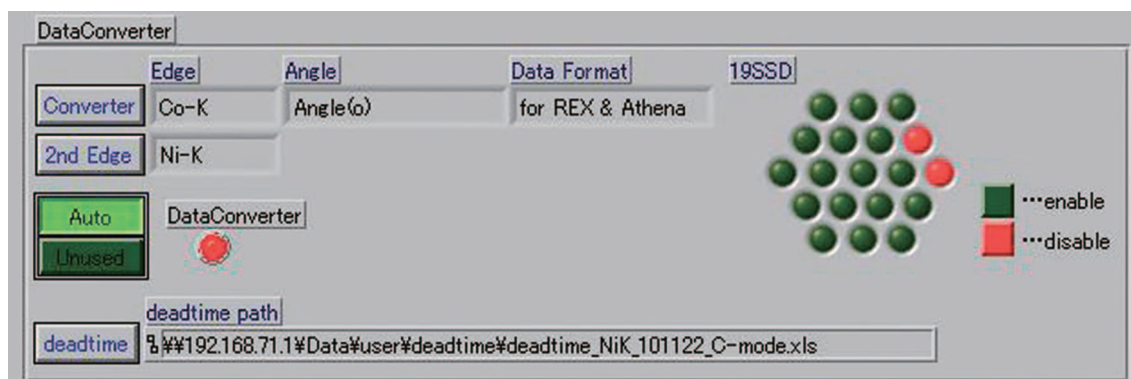


図1 QXAFSプログラムの自動データ変換設定部

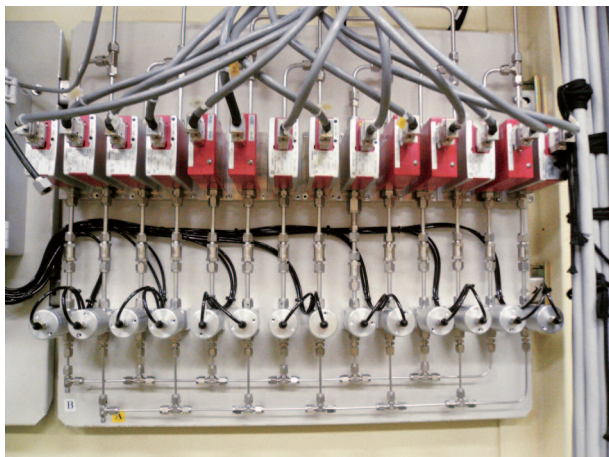


図2 ガス混合部

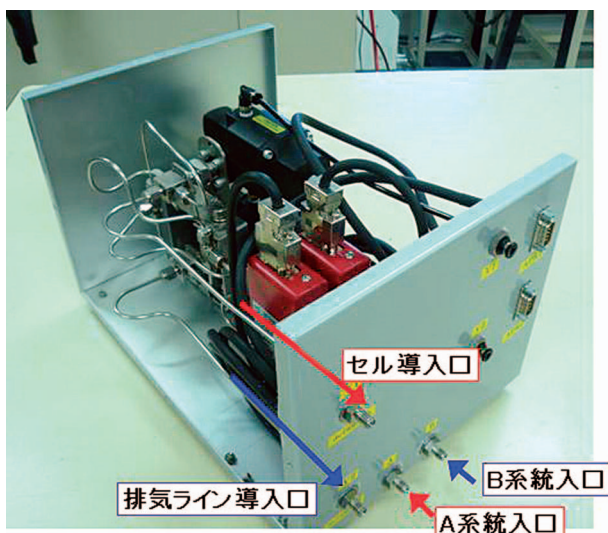


図3 ガス切替器

せるようにガス切替器（図3）を導入した。

4. 低温XAFS測定用冷凍機の更新

低温XAFS測定の高効率化を目的として、冷却能力の高い冷凍機（岩谷産業株式会社製、4K GM冷凍機HE05型）を導入した（図4）。冷却能力の向上により、試料ホルダーの最低到達温度はこれまで使用していた冷凍機では約20 Kであったが、新規冷凍機では約5 Kに改善された。加えて、最低温度までの到達時間を従来の約120分から約90分に短縮することができた。更に高能率化を進めるために、新たに作製した試料ホルダーを図5に示す。従来の試料ホルダーでは10 mm径のペレットを5個までしか取付けることができなかったが、新しい試料ホルダーには10 mm径のペレット、又は試料を詰めたパイプ（内径7 mm、外径10 mm）を最大15個まで一度に取付けることができるようになった。また、新規冷凍機本体には、シュラウド窓の向きを固定した状態で試料ホルダーの向きを変えられる回転機構が

新たに加わった（図4中矢印）。これにより、同一の試料ホルダーに透過法及び蛍光法用の試料を取り付け、室温に戻して大気開放することなく透過法（入射X線に対し90度）と蛍光法（入射X線に対し45度）による測定を切り替えられるようになった。

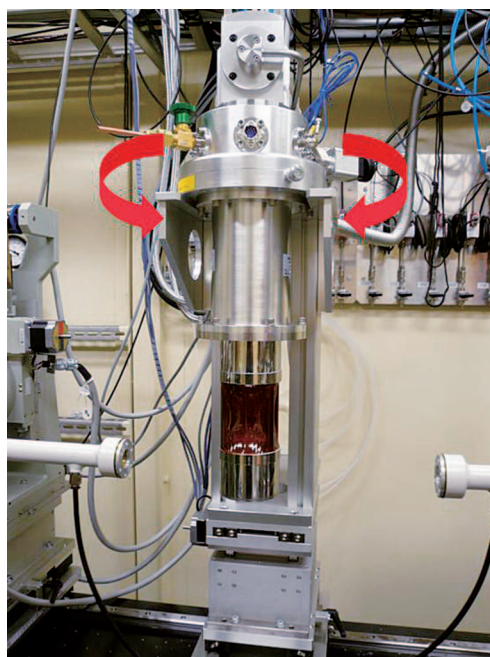


図4 岩谷産業株式会社製、4K GM冷凍機 HE05 型

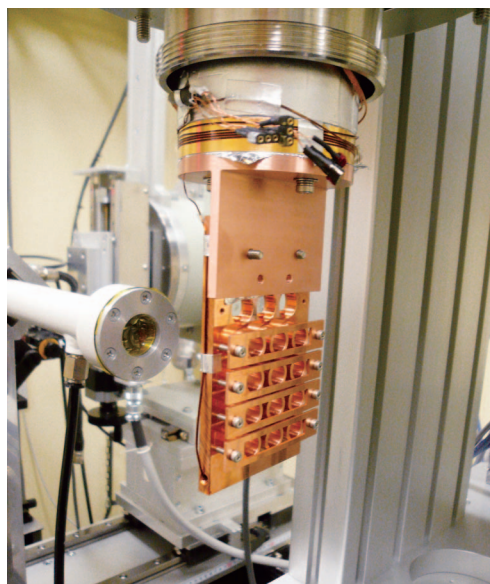


図5 冷凍機用試料ホルダー

産業利用推進室 産業利用支援グループ
谷口 陽介、平山 明香、大淵 博宣
高垣 昌史、本間 徹生