

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。2012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. 4 K冷凍機を用いた極低温XAFS計測システムの導入

従来BL01B1では、最低到達温度10 Kの冷凍機を用いた低温XAFS計測システムをユーザー利用に供していた。2012年度に、より低温下で物質の電子状態・局所構造を計測することを目的として、新規にパルスチューブ方式の4 K冷凍機を導入した(図1)。新4 K冷凍機に対して、透過法XAFS計測と蛍光法XAFS計測の両方に適用可能な新型試料ホルダー及びシールドの開発を行った。設計では、

試料真空容器の容量をできるだけコンパクトにすることにより、試料からの蛍光X線の取り出し立体角をできるだけ広くしつつ、試料への入熱量を抑えられるよう留意した。テスト計測の結果、透過法・蛍光法共に良好にXAFS計測が可能であることが確認できた。これにより、複数元素混在試料中の高濃度元素と希薄濃度元素に対するXAFS計測が、試料を冷凍機内に設置したままで可能となった。

図2に、10 K冷凍機と新4 K冷凍機の冷却試験の結果を示す。温度は、XAFS計測用試料ホルダーでの計測値である。新4 K冷凍機では4 K以下まで到達していることが確認できた。一方、最低温度までの到達時間は、10 K冷凍機が40分程度であるのに対し、新4 K冷凍機は2時間程度要した。

新4 K冷凍機は、バルブモーターユニットが分離された構造を有しており、運転時の試料ホルダーの振動が低く抑えられる点にも大きな特徴がある。10 K冷凍機は、運転時の試料位置での振動が大きく、試料濃度が不均一な試料



図1 実験定盤に設置された新規4 K冷凍機

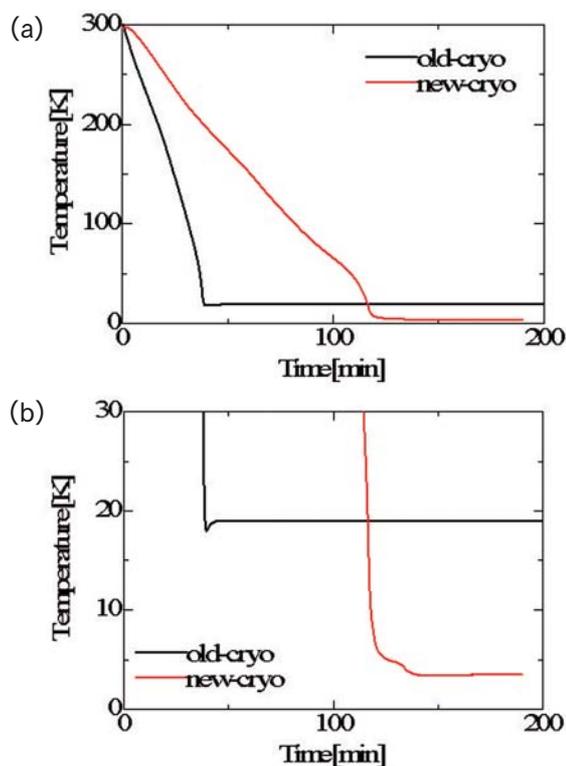


図2 10 K冷凍機と新4 K冷凍機の冷却テスト結果(a)と低温度部分の拡大図(b)

では、透過X線強度・蛍光X線強度に時間変動が生じた。このため、特に計測時間の短いクイックXAFS測定においてスペクトルに歪みが生じ、解析が困難となる場合があった。新4 K冷凍機ではスペクトルに歪みが起こらず、質の高いクイックXAFSスペクトルの計測が可能であることを確認した。

しかしながら、新4 K冷凍機は冷却時間を要するため、均一性の高い試料に対する20 K以上の温度領域での測定に対しては、10 K冷凍機を利用することにより、よりビームタイムを有効に使用できるよう利用者を支援する計画である。

3. 深さ分解XAFS計測に向けた2次元MPCCD検出器のスタディ

斜射出角度分解蛍光XAFS法による深さ分解XAFS計測では、2次元PILATUS検出器(ピクセルサイズ: 172 μm)を用いている。SACLA用に開発された2次元Multi-port Charge Coupled Device (MPCCD) 検出器は、ピクセルサイズ: 50 μm と、PILATUS検出器よりも高い空間分解能を持つため、より高分解能な深さ分解XAFS測定に利用できる可能性がある。そこで、深さ分解XAFS計測に対するMPCCDのスタディを行った。第1回目の性能評価テストの結果、MPCCDはダークノイズが高く、かつその時間変動が大きいたことが判明した。そこで、SACLA検出器開発グループにより、MPCCDのダークノイズの補正に対する制御系の改良が施された。これを用いて、性能評価を行ったところ、ダークノイズが大幅に減少し、時間変動もほとんど観察されないレベルに測定データの質が向上したことが確認できた。今後、更に深さ分解XAFS計測へのMPCCDの適用可能性を検討すべく、計画を進めている。

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

伊奈 稔哲、宇留賀 朋哉