

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。2012年度は、2011年度に導入した反応性ガス雰囲気下 in-situ XAFS測定用ガス制御装置（2011年度SPring-8年報参照）を用いて反応性ガス雰囲気及び温度条件が制御可能なシーケンス制御プログラムを開発し、更なる省力化と高能率化を進めた。また、ユーザーが安全かつ効率的にXAFS測定用試料調製を行えるようにするための試料調製環境の整備を行い、2010年度に開発した19素子ゲルマニウム半導体検出器（19素子SSD）調整の自動化プログラム（2010年度SPring-8年報参照）の更なる高効率化と利便性の向上を目的として、各素子毎のアンプを一括して制御するための統括コントローラを追加導入した。これらの詳細を以下に示す。

2. 反応性ガス雰囲気下 in-situ XAFS測定シーケンス制御プログラムの開発

これまで、ガス種の選択や流量調節等は実験ハッチ内に設置したガス混合器（マスフローコントローラー（MFC）、オートプレッシャーレギュレーター（APR）、手動バルブから構成される）を用いて行ってきたが、MFCの流量設定及びバルブの開閉は手動で操作していたため、流量設定の

変更にかかり、バルブ開閉の誤操作を引き起こしたりするなど、安全かつ効率的に実験を進める上で障害となっていた。また一方で、自動車の排ガス処理のように酸化雰囲気と還元雰囲気の2種類の反応性ガスを瞬時に切替えるような実用条件下でのその場観察の実現が望まれていた。これらの課題を解決し高能率化を達成するために、我々はガス供給排気装置の高度化を進めてきた。2011年度には、ガス混合部において2系統分の混合ガスを調整可能なようにMFCを増設し、手動バルブを電磁バルブに交換して自動でバルブを開閉できるように改良した。また、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せるようにガス切替器を導入した。2012年度は、このガス制御装置と既存の温度コントローラを用いて試料環境（反応性ガス雰囲気及び温度条件）を制御し、QXAFS測定と連動させてin-situ XAFS測定シーケンス制御プログラム（図1）を開発した。

このシーケンス制御プログラムでは、昇温または降温と定温維持を繰り返すような一連の実験において、任意のタイミングで反応ガスの流量制御及びQXAFS測定を行う。昇温または降温時には任意の温度間隔または時間間隔でのQXAFS測定が可能で、定温時には任意の時間間隔でのQXAFS測定が可能である。一連の実験プログラムが終了した時には、自動的に不活性ガスで反応系内をパージし、試料交換時の安全性を高めた。QXAFS測定の開始時間、

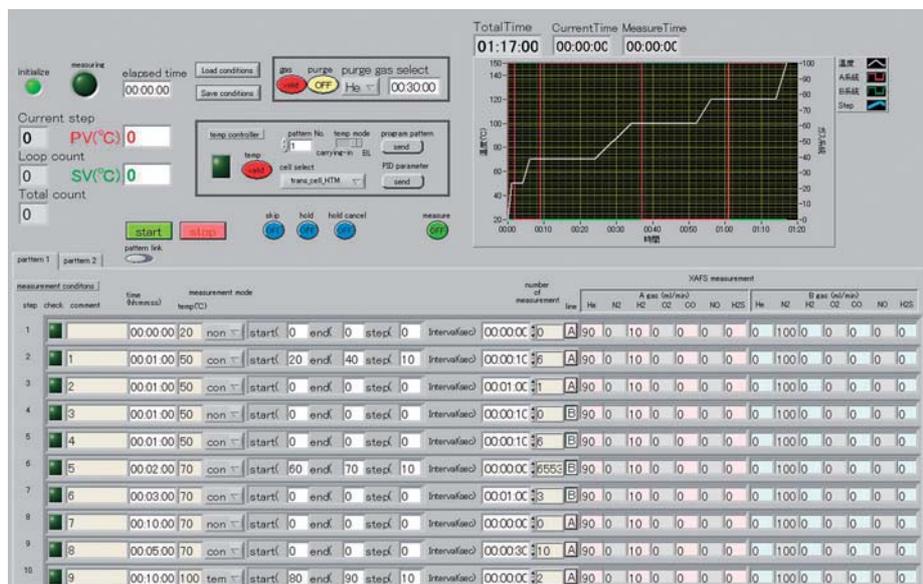


図1 反応性ガス雰囲気下 in-situ XAFS測定シーケンス制御プログラム

終了時間、その時の温度及びガス種・流量を記録する。また、昇温または降温過程中の温度の一時停止や定温維持中の経過時間の一時停止、定温維持過程の先送りといった手動操作も可能である。

3. 試料調製支援設備の導入

ユーザーが触媒試料等の前処理を行うにあたって化学薬品を使用する際及びXAFS測定用試料調整を行う際に、安全かつ効率的に操作が行えるようにするための設備をBL14B2測定準備室に導入した。設備は、用途に応じて酸・アルカリ用と有機溶剤用の2基のヒュームフード、実験台、ステンレス製流し台、超純水製造システム、グローブボックスで構成される。ヒュームフードは、試料処理に用いる塩酸などの酸、水酸化ナトリウムなどのアルカリ及びトルエンなどの有機溶剤を内部で安全に使用し、ヒュームフード内のガスをスクラバーで処理後、蓄積リング棟外の大気中に安全に排気する機能を持つ。実験台及びステンレス製流し台は、安全かつ効率的にXAFS等測定用試料調製を行うため、及び試料調製に使用した乳鉢等の洗浄に使用する。超純水製造システムは、ユーザーが触媒や電池材料等の前処理及びXAFS測定用試料調製を行う際に、有機物や金属などの不純物の混入を防ぐために必要な超純水を製造する装置であり、超純水を製造する装置とそれに必要な供給水（蒸留水など）を保存できるタンクによって構成されている。本システムによって得られる超純水の最終水質は、 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上である。また、2011年度に導入したグローブボックスのユーザー利用を2012年度から開始した。本装置は、Ar等の不活性ガス（99.999%以上）を還元銅触媒とモレキュラーシーブによって酸素及び水分を除去精製しグローブボックス内を循環させることによって、グローブボックス内の酸素及び水分値を1 ppm以下にする機能を有している。図2にBL14B2測定準備室内に設置されたヒュームフード、実験台、グローブボックスの写真を示す。



図2 BL14B2測定準備室における試料調製環境（ヒュームフード、実験台、グローブボックス）

4. 19素子SSDのROI設定の改良

19素子SSDにおけるSCAのROI（Region Of Interest）設定は、2010年度に導入された設定アプリケーションによって大幅に効率化され、熟達したユーザーが1吸取端につき約50分を要していた作業が、非熟達者でも15分以内で可能となった。一方で、19台のSCAに対するROI設定作業は、A系統（前半9台）、B系統（後半10台）と、操作系統を手動で切り替えて行われていた。これは統括コントローラの制限（制御可能台数15台に対し、SCA×19、HV、DACの計21台）によるものであり、切り替えは電気結線で行われていた。しかしこの方式では、ROI設定アプリケーション上でも切り替え操作が発生するため、ユーザーの誤操作を招く恐れがあった。

この問題を解決するため、2012年度は統括コントローラを1台追加導入し、SCAを含む全21台の機器を一括制御できるようにした。これに伴い、2台の統括コントローラの連携動作を行うためのバックエンドプログラムの開発、及びROI設定アプリケーションのアップグレードを行った（図3）。本改良により、誤操作誘発の危険性が解消され、また、ユーザーインターフェースが簡素化されたことで利便性がさらに向上した。

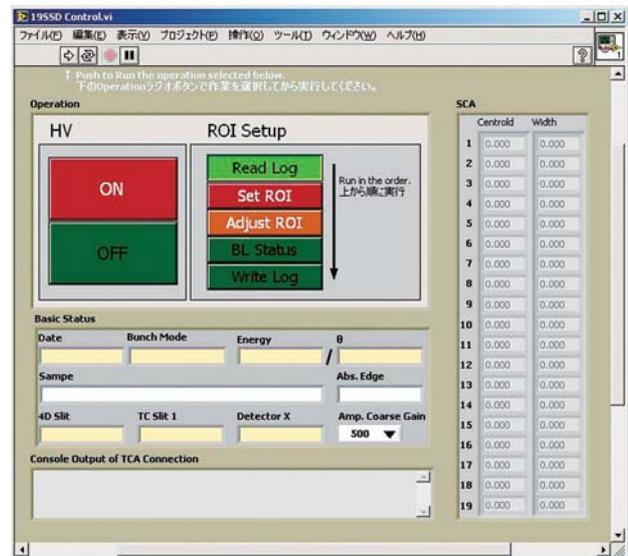


図3 ユーザーインターフェースが簡素化されたROI設定アプリケーション

産業利用推進室 産業利用支援グループ
平山 明香、高垣 昌史、本間 徹生