

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。2013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. キャピラリ封入試料に対する高温高精度 in-situ XAFS 測定法の構築

試料セルとしてキャピラリを用いた高温 in-situ XAFS 計測を高精度に行うシステムを構築することを目的とした高度化を実施した。XAFS 計測では、試料内の X 線の透過距離を均一にすることが必要なため、試料セルのほとんどは入射 X 線に対し表面が平面形状をもつよう設計されている。そのため、キャピラリは従来 XAFS 計測に積極的には利用されてこなかった。

しかしながら、粉末試料に対する in-situ 実験の場合、キャ

ピラリを用いると試料容器の設計が容易になり、XAFS 計測が行いやすくなる場合が多い。本課題では、試料粉末のキャピラリへの充填方法、X 線に対するキャピラリの位置調整方法、試料の過熱方法等についてスタディを行った。キャピラリの過熱には、ガス吹付型ヒーターを用いた。キャピラリの位置調整を行う自動ステージが昇温により熱ドリフトしないよう水冷ステージをキャピラリ支持台の下に設置した（図1）。テスト計測として、インジウム-スズ酸化物に対して 120～420℃の昇温過程で In K 端 XAFS 計測を行った。得られた XAFS スペクトルは昇温過程の局所構造変化を追跡するには十分な質であったが、 $k > 10 \text{ \AA}^{-1}$ の領域の S/N 比がペレット試料と比べると若干低かった。今後、試料充填方法の改良によるスペクトルの高質化および、同条件での XRD/XAFS 測定システムの構築を計画している。

3. 高エネルギー領域での蛍光法 XAFS 計測の高度化

高エネルギー領域の蛍光 XAFS スペクトルを高質化することを目的とした高度化を実施した。高エネルギー領域

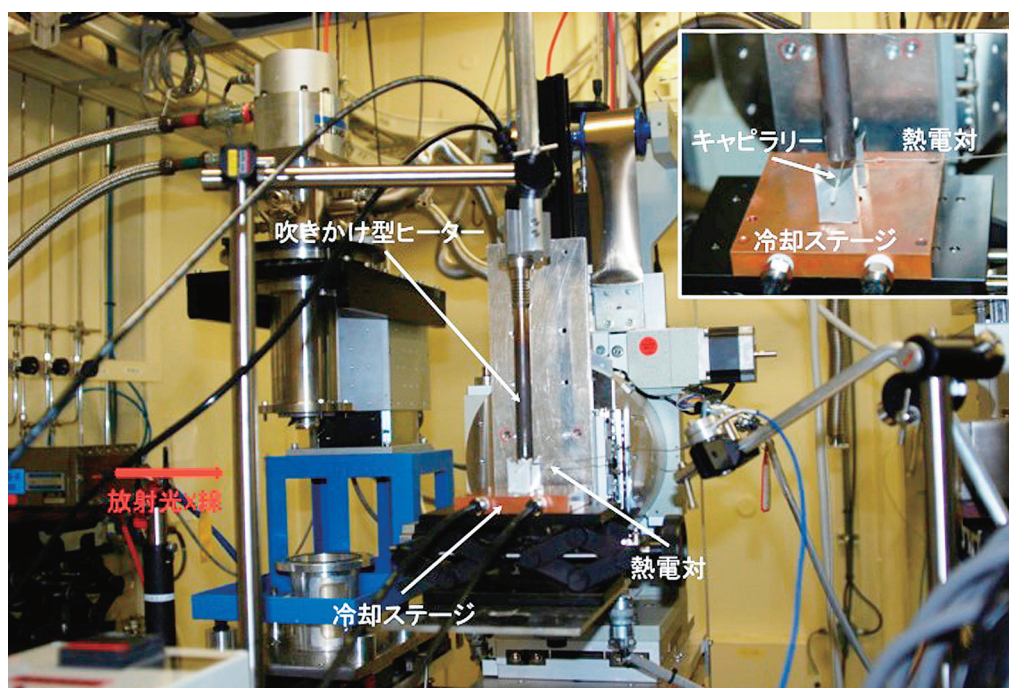


図1 キャピラリ試料に対する高温下XAFS計測装置

(20 keV 以上) の蛍光法 XAFS 計測では、トムソン散乱に加えてコンプトン散乱の強度が大きく増大する。コンプトン散乱は、目的元素の蛍光 X 線に近いエネルギーをもつため、蛍光 X 線スペクトルにバックグラウンドとして混入し、XAFS スペクトルの S/B 比を劣化する。特に濃度が希薄な試料ほどそれが顕著である。そこで、19 素子 Ge 検出器の配置を最適化することによりコンプトン散乱の影響を低減するスタディを行った。テスト測定は、 $(\text{FePt})_{0.9}\text{Ag}_{0.1}\text{C}$ 薄膜に対して斜入射配置 Ag K 端 XAFS 計測 (25.5 keV 付近) を行った (入射角: 1°)。検出器と入射 X 線のなす角度を変えながら、エネルギースペクトルを計測した。理論から予想されるように、コンプトン散乱のピークエネルギーは低角度になるほど高エネルギー側にシフトし、目的元素の蛍光 X 線エネルギーから離れてバックグラウンドは低減した。

一方、低角度になるほどトムソン散乱の強度は著しく増加し、目的元素の蛍光 X 線量の相対強度が減少した。両散乱の影響を総合的に考慮し、検出器と入射 X 線のなす角度として 60° 程度が適当と判断した (図 2 (a))。この配置で、更に試料薄膜からの回折の影響を低減するため、試料の面内回転 ($\pm 2^\circ$) を行いながら計測を行ったところ、バックグラウンドが低く、回折線の影響のない高質な XAFS スペクトルの計測に成功した (図 2 (b), (c))。本計測法は、薄膜試料のみでなく、ペレット等の形状の試料に対しても適用できる。

今後、本計測手法により、従来よりも高い精度・信頼性をもつ構造・化学状態情報により、材料物質・デバイスの性質・機能発現のメカニズムが解明されると共に、新規開発に役立てられることが期待される。

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

構造物性 I グループ

小原 真司

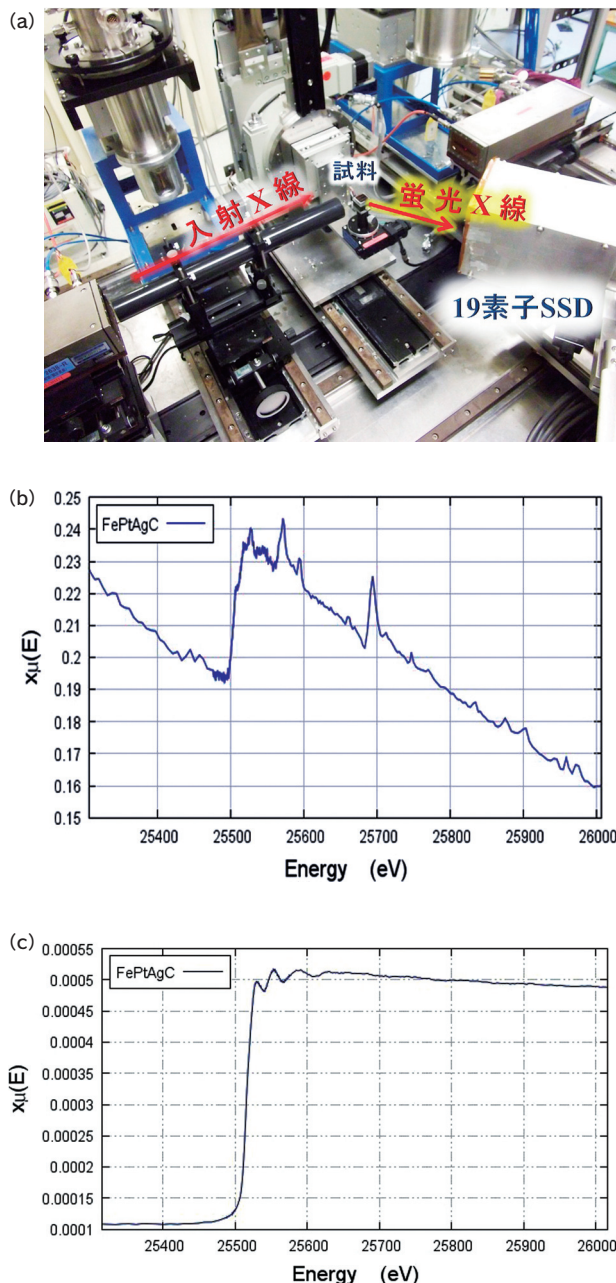


図2 (a) XAFS 計測装置配置。FePtAgC 薄膜 Ag K 端 XAFS :
(b) 入射 X 線と検出器のなす角: 90° (試料面内回転なし),
(c) 60° (試料面内回転あり)