

BL43IR 赤外物性

BL43IR 赤外物性ビームラインでは、高輝度赤外放射光を利用した微小領域、微小試料の赤外顕微分光を行っている。物性物理、材料化学、文化財科学、地球惑星科学、ヘルスケア、法科学、医薬学、農学、などからの幅広いユーザー利用がある。2013年度は、2012年度に引き続き、上流光学系の振動対策とその評価、また赤外近接場分光装置の開発試験を行った。さらに新しい実験手法開拓のため、薄膜水溶液分光、振動円二色性分光の検討を行ったので報告する。

1. 振動対策とその評価

2012年7月ころから測定試料位置でビームの振動が顕在化してきており、M0ミラーからM2ミラーにいたる種々のコンポーネントを固定したり振動を励起したりして詳細な計測を行った結果、ゲートバルブ (GV2) と高速シャッター (FCV) の間の配管下部に取り付けられているイオンポンプの固定が不十分で、これが大きな振動を引き起こしている可能性が示唆された。2013年春の点検調整期間中に、イオンポンプを架台に固定する作業を行った。図1は、対策を施す前後 (2013年1月と5月) のビームの振動スペクトルである。光源はBL43IRの赤外放射光で、PSD (Si-4分割フォトダイオード) 検出器を実験ホールのM8焦点位置に設置し、出力をスペクトルアナライザーで解析、データの取得を行った。スペクトルは、50 Hz以上

の領域で規格化して表示してある。(1) はリング面に垂直、(2) はリング面内方向の振動成分、赤は対策前の2013年1月、青は対策後の2013年5月の計測結果である。赤矢印で示した29 Hzの振動は、青矢印で示した36 Hzにやや高周波シフトし、強度は1/10程度に減少していることがわかる。ピーク周波数の高波数シフトと強度の低下は、イオンポンプ付近の配管で計測した振動の結果と一致している。ビームライン上流光学系の対策と併せて、収納部天井以降の振動調査、対策も行った。特に、収納部天井の配管・架台はそれより下流に比べて振動が大きく、鉛や鉄板で振動を抑える対策を施した。上記対策後は、ビーム振動が顕在化する前の状態に戻り、ステーションの実験は滞りなく実施されている。振動の低下はスペクトルのノイズ低減につながるため、全ての利用研究に貢献する。

2. 薄膜水溶液分光

液体の水は一般に赤外領域に非常に強い吸収があり、水溶液試料の赤外分光の妨げになる。BL43IRでは、水溶液測定用のセルを用意し、顕微鏡下で溶液中に分散させた微小試料の測定を行えるよう準備を整えた。図2はHarrick社製の溶液測定用セルで、2枚の赤外透過基板 (BaF₂など) の間にドーナツ状のスペーサーを挟んで全体を締めこむ形式になっている。液体試料はスペーサーの内側にあり、試料の厚みはスペーサーの厚みでコントロールされる。図3

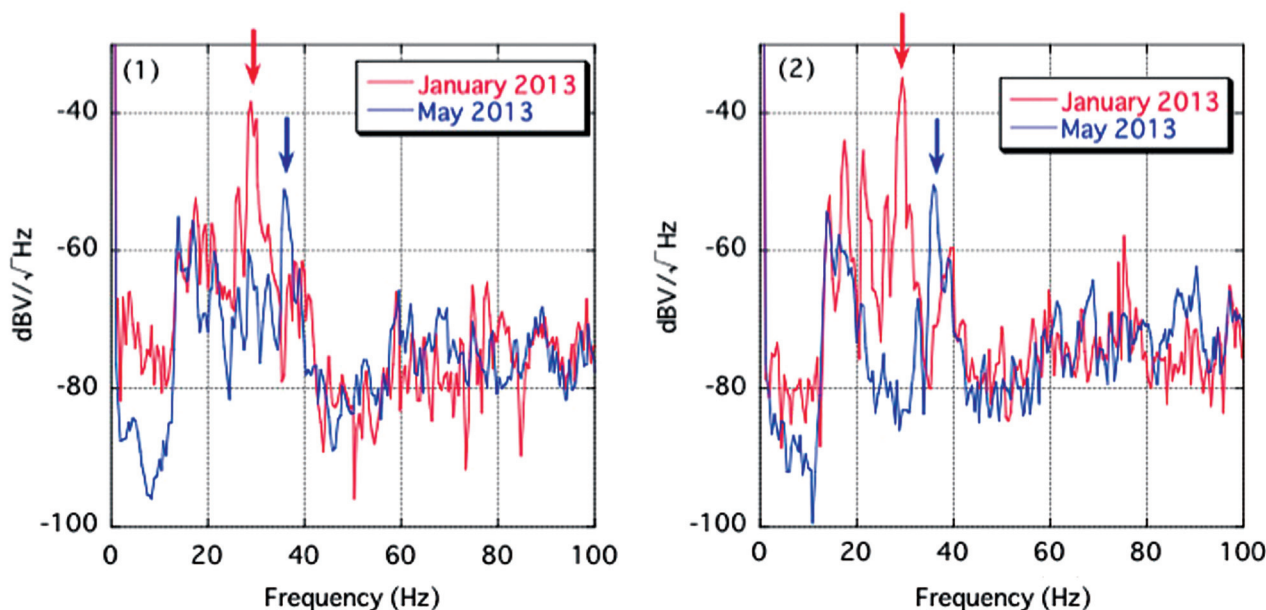


図1 (1) リング面に垂直 (2) リング面内方向の振動スペクトル



図2 液体測定用セル

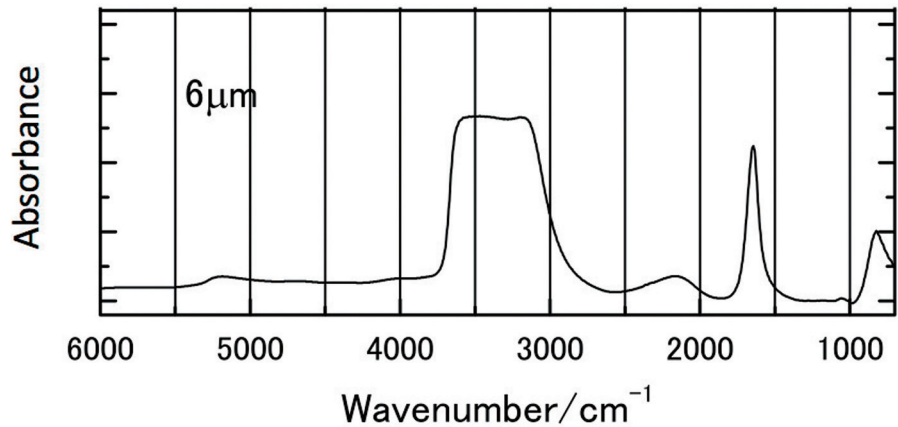


図3 水の吸収スペクトル

は、スペーサーの厚みが6 μmの際の水の吸収スペクトルである。

セルの利用により、水溶液の環境が保たれると同時に水の吸収は極力小さくできることが利点である。測定試料としては水の吸収がない波数領域にピーク構造をもつ水溶液試料や、スペーサー厚みと同程度のサイズの物質を水溶液に分散させた試料を想定しており、既にユーザー利用を開始している。なお、水の代わりに重水を利用する手法もある。重水素の質量は水素の約2倍であるため図3のピーク振動数がおよそ0.7倍程度の波数にシフトする。必要なピーク構造が水分子の波数と重なるときに有効な手段である。図2のセルは、セル上端から試料までの距離が15 mmと長く、現状では作動距離の関係で高倍率(×36)の対物鏡を利用することができない。今後薄型のセルを作成し、5 μm程度のスポットでの測定ができるようにする。この開発により、水溶液環境が必要な生物系、電池開発などの利用が広がることが期待される。

3. 振動円二色性分光

BL43IRでは、利用研究課題の8割が赤外放射光の高輝度性を利用した顕微分光測定で、種々の成果を上げている。しかし、更に赤外放射光の利用研究を推し進めるためには、新たな技術開発が必要不可欠である。我々は、赤外放射光の重要な特性の一つである円偏光特性を利用した振動円二色性分光を提案し、実験を開始した。現在、振動円二色性分光を行うための装置は市販されているが、光学素子の制限もあり、低波数側の波数領域が実質的にはおよそ1000 cm⁻¹に制限されている。しかし、金属元素を含む振動など1000 cm⁻¹以下の波数領域に重要な情報が含まれている物質も多数ある。赤外放射光は広帯域をカバーする白色光源であり、帯域の拡張が、赤外放射光を光源として利用するメリットになると考えている。また、高輝度性を利用した顕微分光と二色性分光の併用の可能性もある。

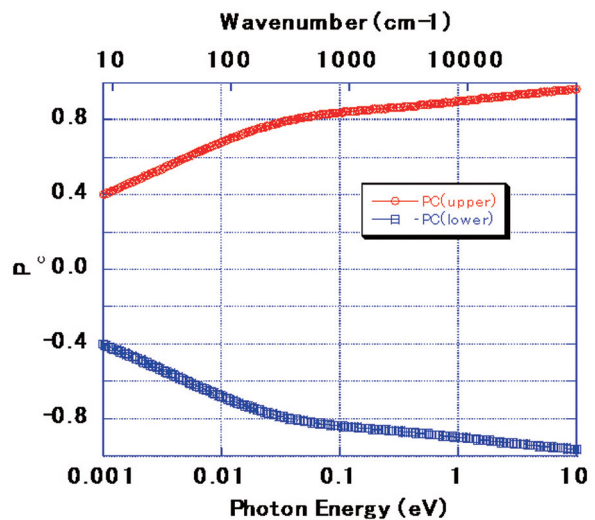


図4 BL43IRのパラメータを使って計算した円偏光度

赤外放射光の円偏光度について、BL43IRのパラメータを用いて計算した結果を図4に示す。赤は偏光電磁石から蓄積リング軌道面より上に放射される光、青は下に放射される光の円偏光度の計算結果である。円偏光の方向は上下で逆転しており、ともに600 cm⁻¹以上の波数領域で8割以上の円偏光度を持っている。1/4波長板を使用して、実際にビームラインで近赤外の円偏光度を測定したところ、円偏光度は6割程度であった。ビームラインでは実験ステーションに至るまでに多数のミラーが設置されており、ミラー反射により、光源性能よりは円偏光度が低下しているものと考えられる。今後、円偏光を利用した振動二色性分光測定のテストを行う。この開発は、らせん構造を持つ物質開発を行う化学、高分子などの分野への貢献が期待される。

利用研究促進部門

分光物性IIグループ

池本 夕佳、森脇 太郎、木下 豊彦