

2-3 実験ステーション

2-3-1 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（3.8～118 keV）に渡り希薄・薄膜試料測定やin-situ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。2016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ホームページ (<http://bl01b1.spring8.or.jp/>) に掲載されている。

2. CT-XAFS 計測システムの高性能化

BL01B1では、アンジュレータービームラインでは難しい1 mm程度以上の試料を対象として、試料内部に存在する測定対象元素の化学状態および局所構造の3次元イメージングを分解能：1 μm 程度で行うCT-XAFS計測システムの開発を進めている。2016年度は、各2次元投影像計測角度でQXAFSを計測することによりCT-XAFSデータを取得する計測システムの構築を行い、テスト試料を用いた性能評価実験を行った。図1にCT-XAFS計測システムの配置を示す。試料は精密回転ステージ上に設置した。入射光に対する試料セル角度を固定した状態で、QXAFSスキャンにより2次元透過XAFSイメージング計測を行った。この計測を試料セル回転角度範囲： $-65^{\circ} \sim +65^{\circ}$ (1° step)で行うことにより、CT-XAFSイメージングデータを得た。透過X線像の計測には、蛍光板とsCMOSからなる可視光変換型X線イメージ検出器

を用い、測定視野：1 (H) \times 0.2 (V) mm、画素分解能：1.3 μm で計測を行った。テスト測定試料は、アルミパウチにシール封入された円盤状のLiCoO₂電池電極を用い、Co K端近傍（7725～7729 eV, 0.1 eV/step）でex-situ投影型CT-XAFS計測を行った。得られたデータから、3次元XAFSイメージ像を再構成した。図2にLiCoO₂電池電極の電極断面方向から見た再構成像断面図を示す。明るい部分はLiCoO₂電極層に対応する。本測定には、50分ほど要した。今後、計測制御の効率化、計測角度範囲・角度ステップの最適化の検討を行い、計測の迅速化を進める計画である。

3. operando XAFS 計測に向けた反応ガス制御・分析システムの整備

BL01B1では、触媒や燃料電池等のガス反応に対するoperando XAFS計測システムの高性能化を進めている。2016年度は、様々な反応ガスの制御・分析が可能なユーティリティの整備およびXAFS測定との連動制御システムの構築を行った。本システムの整備は、「文部科学省 元素戦略プロジェクト拠点形成型 京都大学 実験と理論計算科学のインタープレイによる触媒・電池の元素戦略拠点 (ESICB)」との協同で実施した。本ガス制御・分析システムは、(1) 6種類の反応ガスの混合および流量制御が可能なガス混合装置、(2) 反応器の出口ガスの高速な同定・定量が可能なマイクロガスクロマトグラフ ($\mu\text{-GC}$)、(3) ガス組成をリアルタイムでモニタする四重極型

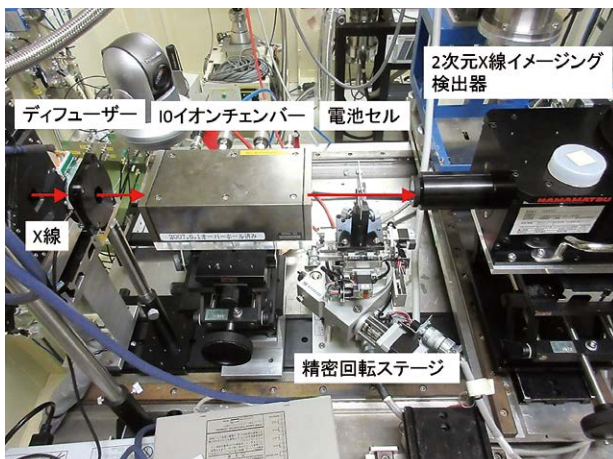


図1 CT-XAFS 計測システム配置

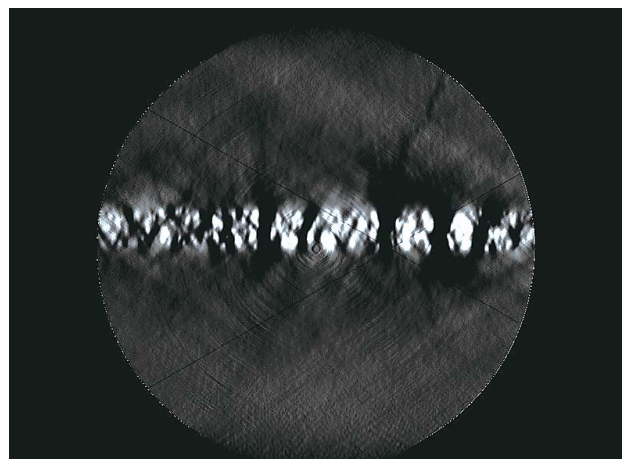


図2 LiCoO₂電池電極の電極断面方向から見た3次元再構成像断面図

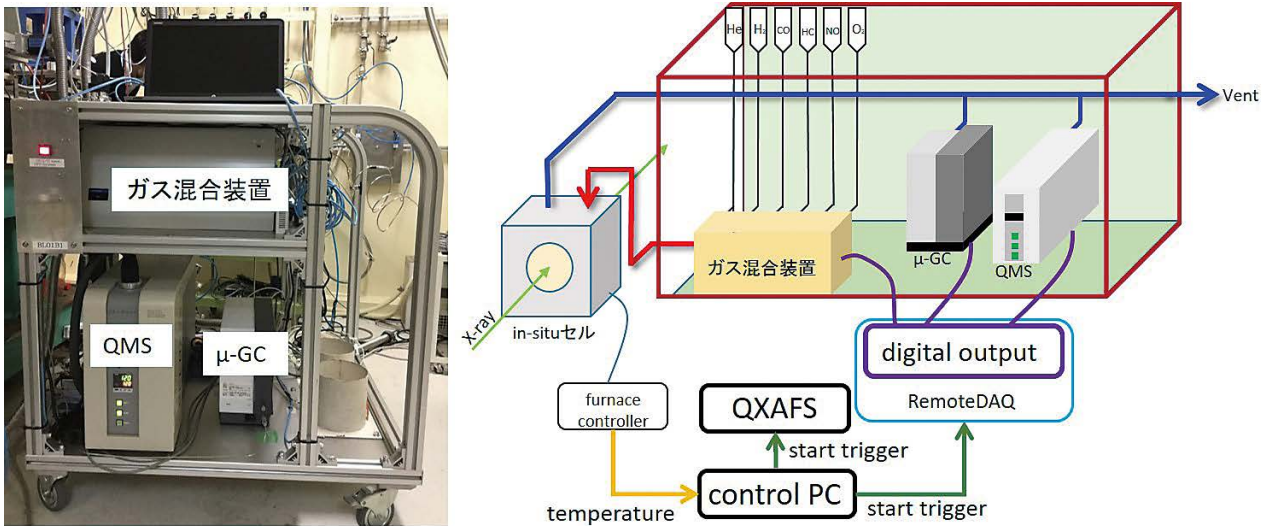


図3 反応ガス制御・分析装置（左）と試料温度制御システムと組み合わせたoperando XAFS計測システム（右）

質量分析計（QMS）から構成されている（図3）。これらの装置類は可動式キャビネットに収納されており、ビームタイム時にμ-GCとQMSを反応器からの排出ガスのサンプリング用配管に接続し使用する。本システムにより、ビームラインへの設置作業や反応装置の組立作業が大幅に軽減された。また、ビームラインの制御・測定プログラムと同じプラットフォームのLabVIEWを用いて外部制御システムを開発し、既存の試料温度制御システムと組み合わせたoperando XAFS計測を実現した。本システムを用いて、自動車排ガス浄化触媒に対するoperando XAFS計測を実施し、模擬排ガス（C₃H₆-CO-NO-O₂）環境下の触媒活性の挙動と触媒金属の動的挙動を同時追跡することに成功した。

利用研究促進部門 分光物性 I グループ
 加藤 和男、伊奈 稔哲
 新田 清文、宇留賀 朋哉