

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、簡便で高効率なXAFS測定を目指して研究支援および機器開発を行っている。2015年度までに19素子ゲルマニウム半導体検出器(19素子SSD)を用いた蛍光法XAFS測定を遠隔XAFS測定にも適用出来るようにするために計測系の自動化を達成している。2016年度はこの自動化環境をもとに、蛍光配置Quick XAFS (QXAFS)における複数吸収端連続測定機能の開発を行った。また、標準試料のXAFSスペクトルデータを収集し、系統的に整理して提供するXAFS標準試料データベースを構築した。これらの詳細を以下に示す。

2. 蛍光配置 XAFS における複数吸収端連続測定

2015年度に19素子SSD計測系のデジタル化が完了し、アンプ増幅率、ROI (Region Of Interest) 設定、数え落とし補正係数の選択が自動化された。2016年度はこの自動化環境をもとに、蛍光配置Quick XAFS (QXAFS)における複数吸収端連続測定機能の開発を行った。従来のシングルチャンネルアナライザを用いたアナログ計測系とは違い、本計測系では、励起エネルギー掃引上の全測定点における蛍光X線スペクトルを取得する。計測完了後にROIの切り出しと積分を行うので、任意の特性X線のXAFSスペクトルを、生データから自由に再構成することができる。本機能はステップスキャンXAFSでも利用可能であり、2016B期よりユーザ提供を開始している。

測定例としてFe-KおよびMn-K端のQXAFS連続測定の結果を図1に示す。試料は MnFe_2O_4 で45°蛍光配置で測定している。

3. XAFS 標準試料データベース

SPring-8実験データリポジトリシステムを活用してBL14B2で測定した様々な標準試料のXAFSスペクトルデータ、測定条件、試料情報を収録した、XAFS標準試料データベースを構築した。本データベースには、BL14B2で測定した様々な標準試料のXAFSスペクトルデータ、測定条件、試料情報を収録している。本データベース上のデータは、パソコンのブラウザから閲覧及びダウンロードが可能である。2016年度末(2017年3月31日)の時点で本データベースには、15元素、268試料のXAFSスペクトルデータが収録されている。本データベースは、SPring-8実験データリポジトリサイト(URL: <https://sp8dr.spring8.or.jp/>)からログインした後、トップページメニューの「各BLのリポジトリブラウズ」→「BL14B2」から閲覧することができる。本データベースは、SPring-8 User Information(URL: <https://user.spring8.or.jp/>)にユーザ登録している方であれば誰でも利用することが可能で、詳細(登録試料、マニュアル等)及び最新情報については、SPring-8 産業利用推進室のホームページ内のBL14B2サイト内にあるXAFS標準試料データベースのホームページ(<http://support.spring8.or.jp/xafs/standardDB/standardDB.html>)に掲載している。

本データベースに登録した標準試料には、組成、結晶

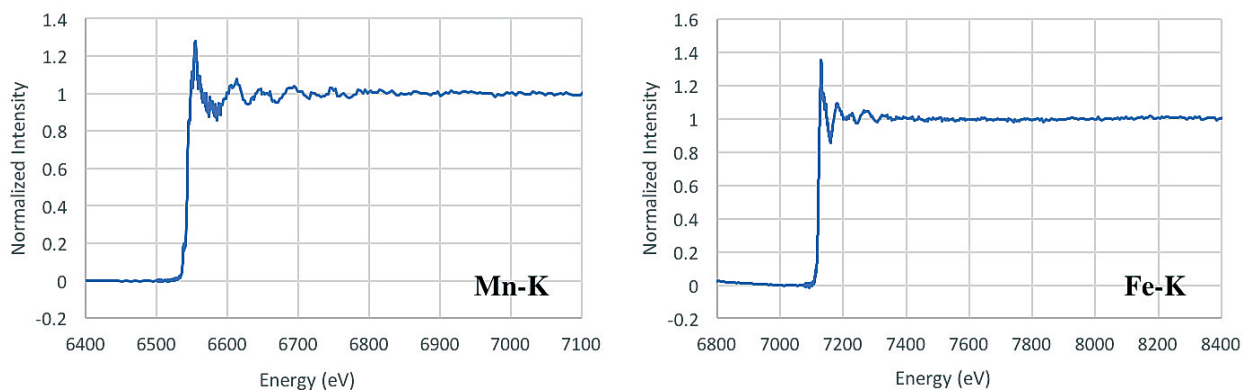


図1 MnFe_2O_4 のMn-KおよびFe-K端連続測定の結果。モノクロ: Si (111)、動作範囲 18.575 ~ 13.235° (ステップ -0.00084°)、Dwell = 10 ms



図2 XAFS標準試料データベース画面

構造、純度等など、試料の素性が既知である市販の純金属及び化合物を用いた。純金属は箔状、化合物は窒化ホウ素と混合しペレット化したものをXAFS測定に用いた。潮解性や吸湿性など、大気雰囲気では不安定な試料については、グローブボックス内(酸素濃度及び水分値：1ppm以下)で試料を調製し、ガスバリア又はラミネートで封入した上で測定を行った。

図2にXAFS標準試料データベース内の閲覧画面を示す。閲覧画面は画面上部の「メニュー表示」、左側の「ツリー表示」、右側の「該当データ」により構成される。ツリー表示は吸収元素、吸収端(K又は L_I , L_{II} , L_{III})、分光器の結晶面(Si (311)又はSi (111))、標準試料名の順でフォルダが階層化されており、ツリー表示で選択された一段下のフォルダに関する情報が該当データ欄に表示される。データベースには3種類の実験データ(拡張子: dat, ex3, txt)、及び実験データの詳細情報(README, CSV)が登録されている。実験データのファイル形式は、拡張子datが9809フォーマット、ex3とtxtがそれぞれXAFS解析ソフトウェアREX2000、Athenaで読み込み可能な形式である。また、README.csvファイルには、標準試料に関する情報や測定条件が記載されており、Excelやテキストエディタを用いて閲覧可能である。実験データ及び詳細情報はzip形式で圧縮された状態でブラウザからダウンロードすることができる。

産業利用推進室 産業利用支援グループ
高垣 昌史、大淵 博宜、本間 徹生