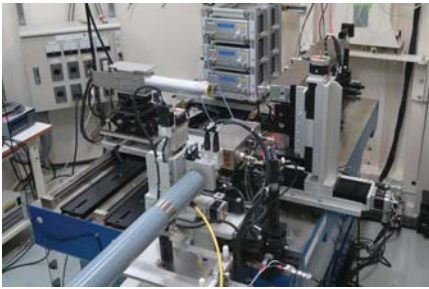




硬X線XAFSビームラインⅡ (BL11S2) -概要-

AichiSR

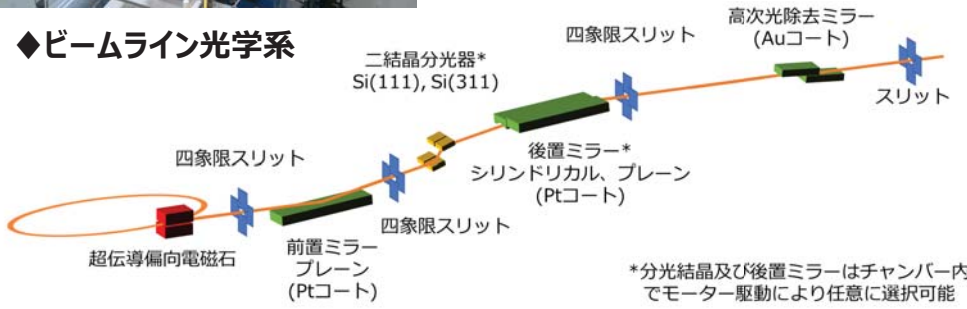
● ビームライン



◆測定対象元素

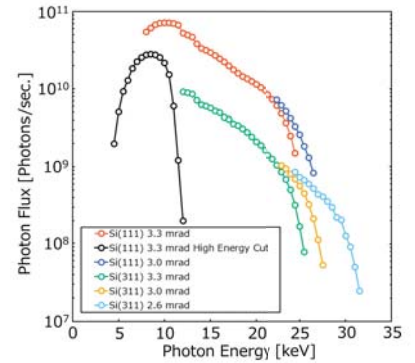
H	He																	He															
Li	Be	K吸収端での測定可能元素																B	C	N	O	F	Ne										
Na	Mg	L吸収端での測定可能元素																Al	Si	P	S	Cl	Ar										
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																
Cs	Ba	*1	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																
Fr	Ra	*2	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Nh	Fl	Mc	Lv	Ts	Og																
																		*1	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
																		*2	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

◆ビームライン光学系



◆ビームライン性能

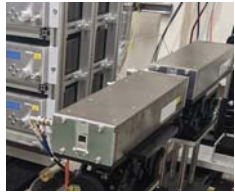
エネルギー範囲	5 ~ 30 keV
分解能(E/ΔE)	>7000 @12 keV ※Si(111) 計算値
ビームサイズ (@3.3 mrad集光点)	シリンドリカル(3.3 mrad) $^{\circ}$ 0.5 × $^{\circ}$ 0.5 mm
	シリンドリカル(3.0 mrad) $^{\circ}$ 1.0 × $^{\circ}$ 4.0 mm
	シリンドリカル(2.6 mrad) $^{\circ}$ 2.0 × $^{\circ}$ 7.0 mm
	プレーン $^{\circ}$ 3.0 × $^{\circ}$ 28.0 mm



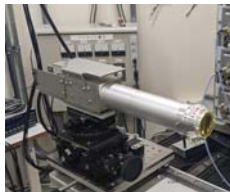
● エンドステーション

◆検出器

イオンチャンバ (応用光研)

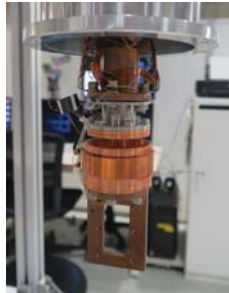


7素子SDD (テクノエーピー)

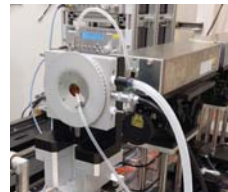


◆測定環境

クライオスタット (仁木工芸)



冷却加熱ステージ (リンカム社)



石英セル[透過/蛍光] (幕張理化学硝子製作所)



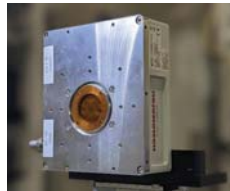
ガス供給・排気設備 (H₂, O₂, He, N₂)



転換電子収量法チャンバ (旭工業所)



X線sCMOSカメラ (浜松ホトニクス)



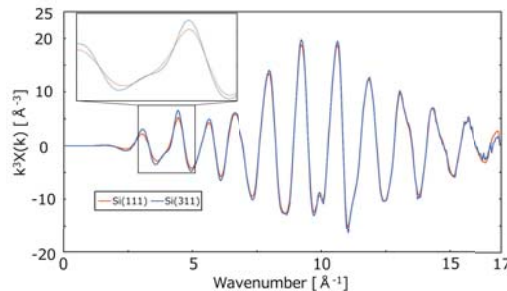
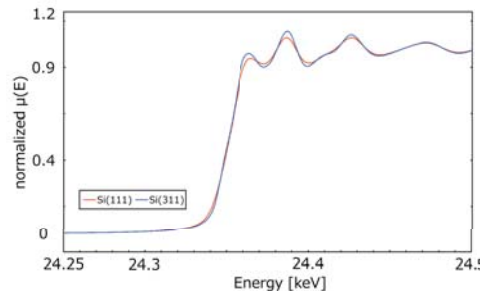
	制御温度[°C]	制御レート[°C/min.]	温調方向	ガス雰囲気	測定手法
蛍光フローセル	室温 800	30	昇温のみ	不活性/可燃/支燃	蛍光
透過フローセル	室温 900	30	昇温のみ	不活性/可燃/支燃	透過
リンカム	-190 600	150 (≥0°C) 30 (<0°C)	昇温/降温	不活性	透過/蛍光
	クライオスタット	-250 100	2	昇温/降温	真空

N₂での希釈や、吸着材を使用する等の安全対策を実施することで、高圧ガスを持ち込み測定を行う事も可能。(持ち込みガスや実験条件など事前にご相談ください)

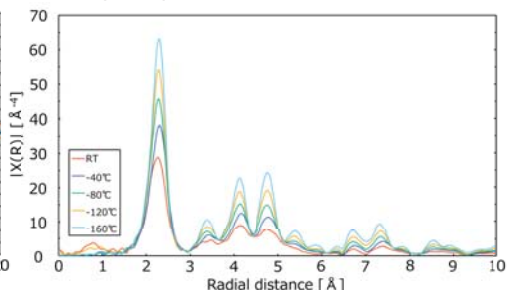
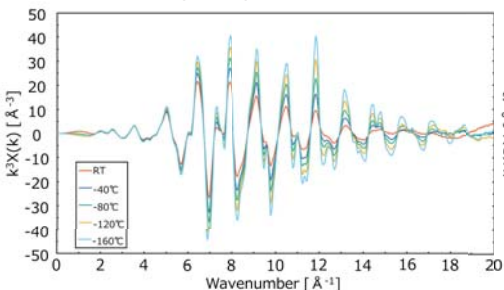
● 測定例

◆XAFS測定(透過法、蛍光法、転換電子収量法)

・Si(111)、Si(311)分光結晶によるスペクトルの比較
Pd箔を透過法(Quick)にて測定

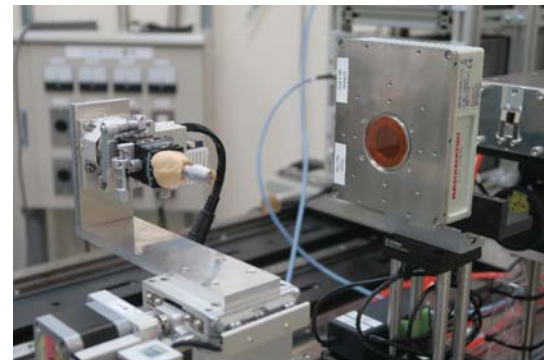


・温度を下げていく事で熱振動が抑制されていく様子
冷却加熱ステージ(リンカム)を用いて、温度を下げながらCu箔を透過法(Quick)にて測定



◆位置分解測定(2D、3D-XAFS)

集光ビーム(通常Φ0.5 mm、ポリキャピラリー使用でΦ25 μm)を使用した蛍光の元素マッピングや、平行ビームと二次元検出器を用いた2D、3D-XAFS測定について整備を進めている。リニアコンベクションフィッティングにより、二次元や三次元での価数分布評価が可能となる



・3D-XAFS測定の様子
試料の回転ステージは組み替える事でX、Z軸どちらの方向にも回転させる事が可能。
粉末X線回折用の試料ホルダーを流用しており、キャピラリーや細いチューブ等に試料をつめて測定を行う。
エネルギー点数にもよるが、価数の分布について解析を行う際の測定時間は4時間程度必要



硬X線XAFSビームラインⅡ (BL11S2) -成果例-

AichiSR

2次元(2D)/3次元(3D) XAFS測定環境の構築

1. 背景

◆ 2D/3D XAFSの特徴

- サンプル内の状態分布を2D/3Dで調べることができる。
- 集光光をスキャンし面内分布を測定する場合と比べ、測定時間が短い。
- 3Dの場合はサンプル形状に制約がある。(方向を変えても光が透過する。)

◆ BL11S2で2D/3D XAFSを測定する利点

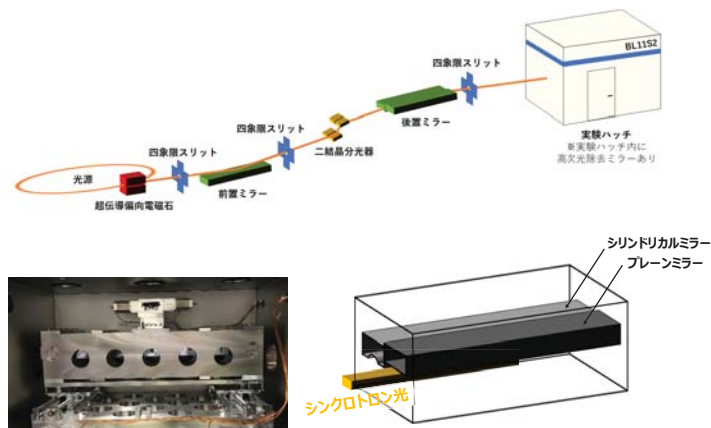
- BLに平行化ミラーがあるため、光の面内におけるエネルギー分布が小さい。
- 集光した光を利用した通常のXAFS測定への切り替えが容易である。
- 測定や解析用のプログラムを公開している。

◆ 2D/3D XAFS測定の実現に向けた取り組み内容

- プレーンミラーの導入
- ステージや検出器などの測定機器の整備
- 測定および解析プログラムの開発
- 測定手順の最適化

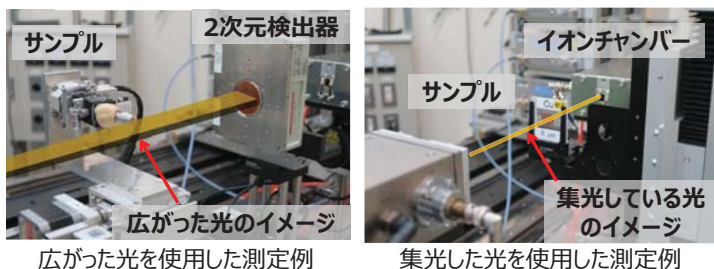
2. 実験条件

◆ 現在のBL11S2の光学系



後置ミラーにプレーンミラーを追加。
集光した光はシリンドリカルミラー、広がった光はプレーンミラーを使用し測定。
2種類のミラーは20～30分ほどで切り替え可能。

◆ 測定セットアップ



サンプルステージ

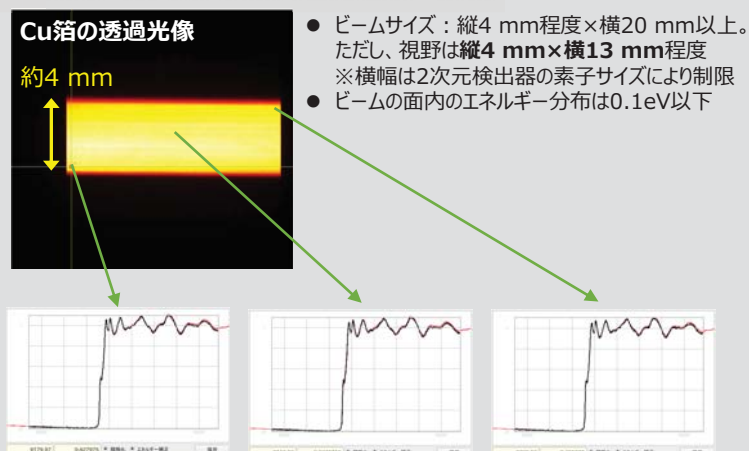
- 3D XAFS対応 (水平、垂直、回転機構あり)

2次元検出器

- 浜松ホトニクス社製 X線sCMOSカメラ C12849-111U
- 画素サイズ: 6.5 μm (H) × 6.5 μm (V) ※分解能は13 μm程度
- 有効素子サイズ: 13.312 mm (H) × 13.312 mm (V)

3. 実験結果

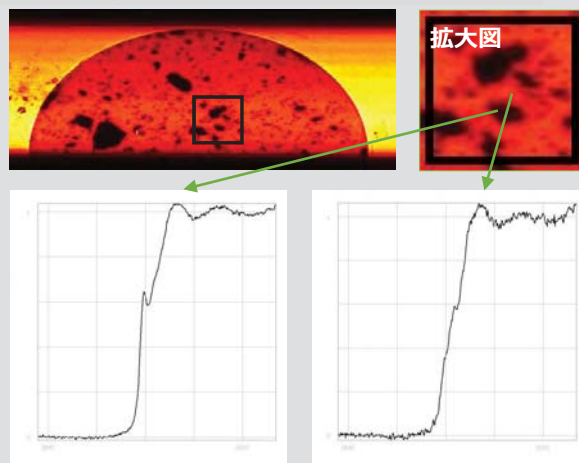
◆ 結果1: ビームサイズと面内のエネルギー分布



- ビームサイズ: 縦4 mm程度×横20 mm以上。ただし、視野は縦4 mm×横13 mm程度 ※横幅は2次元検出器の素子サイズにより制限
- ビームの面内のエネルギー分布は0.1eV以下

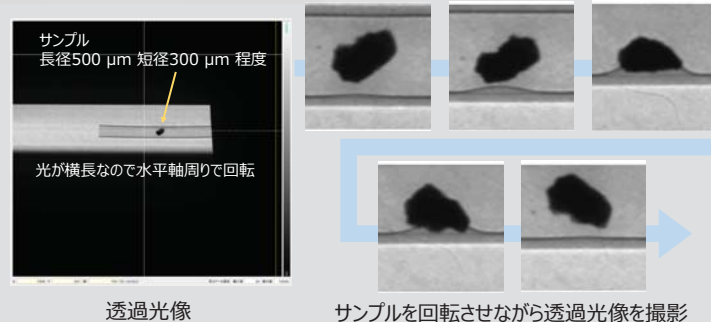
3点のXAFSスペクトル間でエネルギーシフトは見られない。
ビーム面内においてエネルギー分布がないことを確認。

◆ 結果2: Cu₂O、CuO、BNの混合ペレットの2D XAFS



化学状態の2次元分布を解析可能。

◆ 結果3: 隕石の3D XAFS (サンプル提供: 東京大学 高橋嘉夫教授)



化学状態の3次元分布を解析可能。

2D、3D XAFSの測定をご検討の方は、利用申請の前に必ずご相談ください。
謝辞 本研究は、名古屋大学 田淵雅夫教授のご指導の下、実施されました。