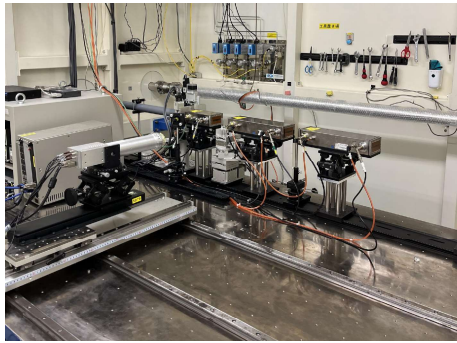




AichiSR

硬X線XAFSビームライン (BL5S1) -概要-

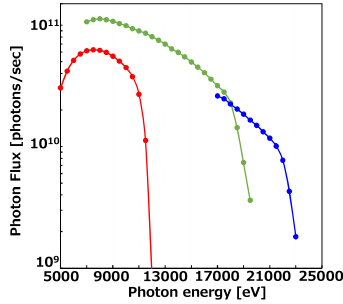
ビームライン



ビームライン光学系



ビームライン性能



グラフ	透過	利用可能元素エネルギー範囲 [keV]	分光結晶	Rhミラー傾斜角 [度]	Auミラー傾斜角 [度]	光の形 (1/e径)
●	透過エネルギー範囲	5~9	Si(111)	3.14	7.0	0.5 x 0.5 (・)
●	蛍光エネルギー範囲	7~18	Si(111)	3.14	なし	0.5 x 0.5 (・)
●	転換電子範囲	17~22	Si(111)	2.5	なし	1.0 x 0.5 (〇)

測定対象元素

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
H	He																	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	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

● K 吸収端 ● L 吸収端

BL5S1は、硬X線領域のXAFS測定によって材料中の原子の化学状態や局所構造を解析することで、付加価値の高いものづくりの支援を行うことを目的としたビームラインである。現在チタン (Ti) からモリブデン (Mo) までのK-吸収端、セシウム (Cs) からビスマス (Bi) のL-吸収端を測定対象としている。透過法、蛍光法、転換電子収量法による測定が可能であり、in-situ XAFS実験をサポートする実験ガス供給排気設備も備えている。更に、大型の光学定盤を備えていることから、持ち込み装置を使用した自由度の高い実験や、大きな試料の測定が実施可能である。

エンドステーション

検出器

透過法用イオンチェンバ (応用光研工業(株))
蛍光法用シリコンドリフト検出器 ((株)テクノエービー)
転換電子収量法用検出器 ((株)旭工業所)
検出器の組み合わせで同時測定可能
・透過法 + 蛍光法
・蛍光法 + 転換電子収量法

in-situ XAFS用フローセル

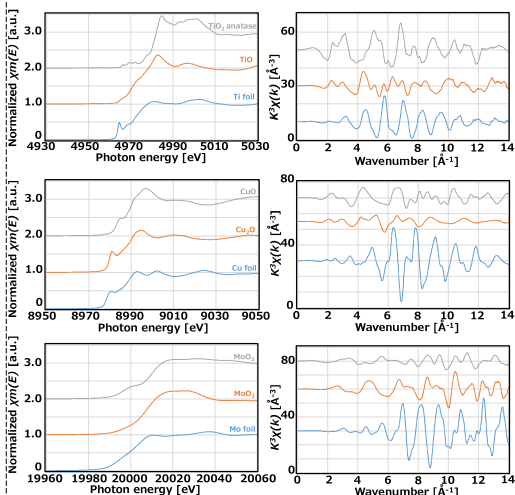
透過法用石英セル (幕張理化学硝子製作所)
蛍光法用石英セル (幕張理化学硝子製作所)
温度範囲 RT ~ 900℃
昇温速度 ~ 30℃/min
温度範囲 RT ~ 800℃
昇温速度 ~ 30℃/min
利用可能ガス 流量 [ml/min] ガス濃度 [%]
H₂ 4 ~ 100 ~ 100
O₂ 4 ~ 200 ~ 100
N₂ 10 ~ 500 ~ 100
He 10 ~ 500 ~ 100

その他の設備

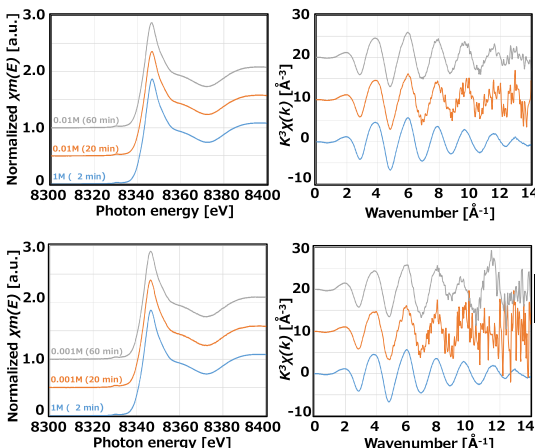
汎用X-Zステージ
4軸ステージ
集光用ポリキャリラーレンズ
厚み可変溶液セル (名古屋大学 田淵教授開発)

測定例

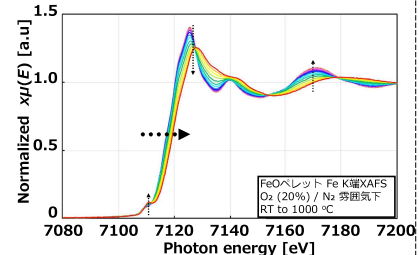
参照試料の透過XAFS測定



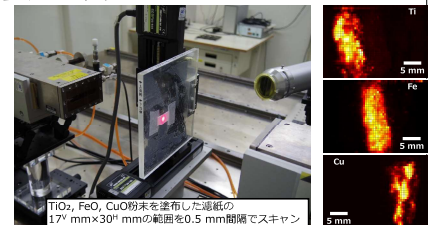
希薄試料の蛍光XAFS測定



in-situ XAFS測定



蛍光マッピング



Ti, Cu, Moの参照試料を透過法QuickXAFS 2分で測定した。いずれも良好なスペクトルが得られており、透過法の場合サンプルが均質であれば短時間測定が可能である。

0.01M, 0.001M NiCl₂溶液について蛍光XAFS測定を行った。また、比較のために1M NiCl₂溶液について透過XAFS測定を行った。その結果、XANESではいずれも透過法と同等のS/Nのよいスペクトルが得られた。EXAFSについては、0.001Mでは20 minの測定ではS/Nが悪いが、60minの測定では約10 Å⁻¹程度までは解析可能なスペクトルに改善された。



AichiSR

硬X線XAFSビームライン (BL5S1) -成果例-

ペレット作製効率化のためのダンシングミルを用いた粉末の自動混合

背景

粉末状試料を透過法でXAFS測定するために、試料と窒化ホウ素の粉末を乳鉢で混合し、錠剤成型器でペレットを作製する手法が一般的に行われている。この際、ペレットに含まれる試料の粒径や分布の均一さが測定結果のS/Nを決定する要因であることが知られており[1]、乳鉢による粉末の混合作業は20分程度の時間をかけて行われることが多い。しかし、試料数が多い場合には作業者にとって大きな負担となるだけでなく、作業者が均一さの質を保ち続けることも困難である。そこで、粉末の混合方法の自動化について、これまでに複数の手法が検討されてきた[2-4]。過去に著者らは、マグネット自動乳鉢を用いた粉末の混合方法を検討したが[2,3]、混合中に乳鉢壁面に粉末が付着するため混合の効率があまり高くなく、乳鉢壁面に付着した粉末を手作業で複数回掻き取る必要があることなどの課題が明らかになった。そこでダンシングミルを用いることでこれらの課題を解決したので報告する。

参考文献

- [1]XAFSの基礎と応用, 日本XAFS研究会, 2017
- [2]XAFS 測定用サンプル作製の自動化方法の検討, 高演謙太郎, 平成29年度 第13回名古屋大学技術研修会, 2018
http://www.tech.nagoya-u.ac.jp/archive/h29/Vol13/honkou/O7.pdf (2023年2月14日 最終閲覧)
- [3]マグネット乳鉢を使用したペレット用粉末の半自動混合, 廣友稔樹, 高演謙太郎, 塚田千恵, 田淵雅夫, 第21回XAFS討論会, 2018
- [4]透過XAFS測定用ペレット試料作成準備効率化のための手法検討, 大淵博宣, 本間徹生, 第32回日本放射光学会年会, 2019

ダンシングミルによる粉末の自動混合

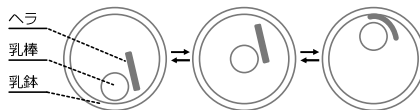
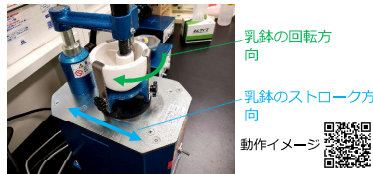
ダンシングミルの仕様



メーカー
日陶科学
型番
ALM-90DM
乳鉢・乳棒の材質
アルミナ
ヘラの材質
シリコンゴム
動作速度 (60 Hz)
回転数 98 rpm
ストローク数 98 spm

スペックは日陶科学Webサイトより引用
https://www.nittokagaku.com/Search/detail/434/2 (2023年2月14日 最終閲覧)

ダンシングミルの動作



乳鉢が回転とストロークの動作を繰り返し、粉末の粉碎及び混合を行う。乳鉢内壁に付着した粉末は、シリコンヘラによって掻き落とされる。

ダンシングミルの利点

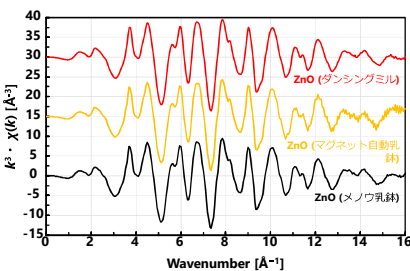
- ☑ 混合作業を完全自動化できるため、作業者の負担が軽減できる。
- ☑ ヘラで常に粉末の掻き落としを行うため、粉末の混合効率が高い。
- ☑ 硬い・粘性が高い・磁性がある等の粉末の混合も可能

ダンシングミルの利点

- ☑ ヘラ等に粉末が付着するためロスが大きく、少量の粉末の混合作業には向かない。
- ☑ 機体が大きいため、グローブボックス等の狭い空間に持ち込むことは難しい。

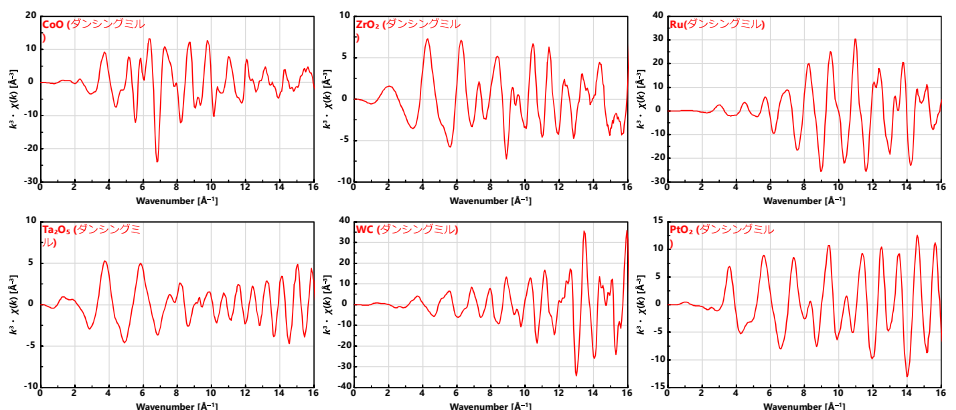
XAFS測定結果

粘性が高い粉末の混合例 (ZnO)



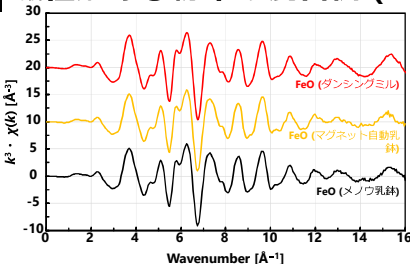
高波数側のS/Nがメノウ乳鉢とダンシングミルは同等であり、ダンシングミルでは手作業と同等に均一に混合されていると考えられる。

様々な粉末の混合例



AichiSR 硬X線XAFSビームラインでは、多くの参照試料をダンシングミルを用いて作製した実績があり、良好なS/NのXAFSスペクトルが得られている。また、共通機器としてユーザー利用に供しており、好評を得ている。

磁性がある粉末の混合例 (FeO)



高波数側のS/Nが最も良好なのはダンシングミルであることから、ダンシングミルによる混合状態が最も均一であると考えられる。

参照試料の整備状況

ダンシングミルを用いて作製した参照試料整備状況

	3d遷移元素	4d遷移元素	5d・4f遷移元素	その他	計
2020年度	101	24	30	15	170
2021年度	60	3	5	2	70
2022年度	37	0	2	4	43

整備済の参照試料はユーザも自由に利用することができる。
BL5S1、BL11S2ホームページに参照試料リスト公開中

