

BL15 における Quick XAFS 測定システム

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

X線吸収微細構造(X-ray Absorption Fine Structure: XAFS)は局所的な原子配列を解析する実験手法として極めて有効である。また、透過法、蛍光法、転換電子収量法など各種の測定法により、測定の対象となり得る試料の形態が広い。このため、九州シンクロトロン光研究センター(以下 SAGA-LS)においても幅広いユーザーに利用されている。

BL15 では基本的な XAFS 測定が行えるよう、整備を行っている。従来の XAFS 測定は、分光器によって X 線のエネルギーを変更した後に測定を行う、いわゆるステップスキャンによるものである。しかし、分光器の駆動時間が必要になるため、測定時間が長く必要であった。一方で、多数の試料の測定や時分割測定などへの要求から、測定時間の短縮は必須の課題であった。

そこで、H26 年度に BL15 に Quick XAFS 測定システムを導入した。Quick XAFS は分光器を連続的に駆動しながら随時 X 線強度を計測する測定法である。SAGA-LS では、BL11 が先行して導入していたが、今回、これと同様のシステムを BL11 に構築した。

発表では、Quick XAFS システムの概要と性能、ステップスキャンとの結果の比較により Quick XAFS 測定システムが有効に動作していることを紹介する。

BL15におけるQuick XAFS測定システム

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロtron光研究センター

Introduction

九州シンクロtron光研究センターのBL15では、基本的なX線吸収分光(X-ray Absorption Fine Structure: XAFS)測定をユーザー利用に供している。従来のXAFS測定は分光器によってX線のエネルギーを変更した後でX線強度の計測を行う、いわゆるステップスキャンであった。一方、多数の試料の測定や時分割測定などへの要求から、測定時間の短縮が求められていた。

そこで、H26年度にBL15にQuick XAFS測定システムを導入した。Quick XAFSは分光器を連続的に駆動しながら随時X線強度を計測する測定法である。SAGA-LSでは、BL11が先行して導入していたが、今回、これと同様のシステムをBL11に構築した。

BL15について

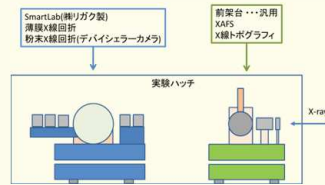
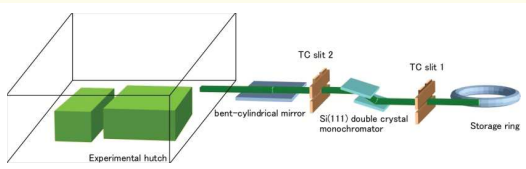


光源: 偏向電磁石
分光器: Si(111)二結晶分光器
集光鏡: 擬似トイダルミラー
エネルギー: 2.1~23 keV



主な実験手法

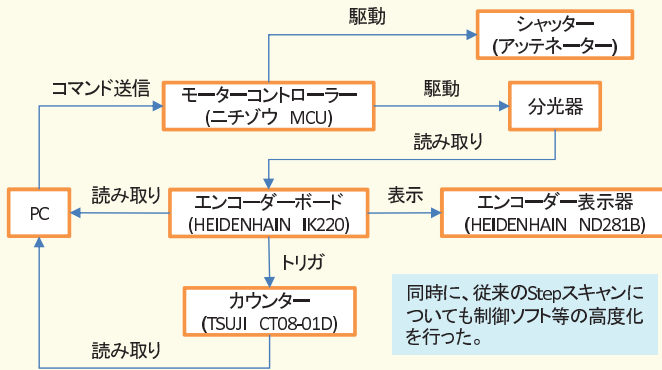
X線回折(粉末、多軸回折計)
X線反射率法
X線トポグラフィ
蛍光X線分析
X線吸収分光(XAFS)



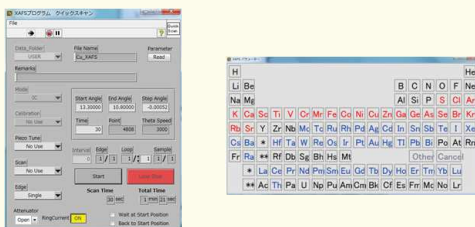
XAFS測定
測定法: 透過法
転換電子収量法
蛍光法
(Lytle検出器、SDD)

Quick XAFS測定システム

Quick XAFS測定システムの概略



Quick XAFS測定ソフトウェア

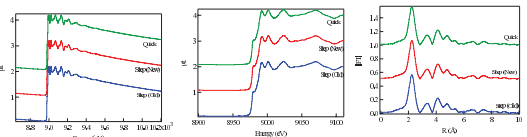


新規ソフトウェアの特徴

- 標準的なEXAFS測定パラメータを内蔵(従来の作成パラメータも使用可)
- XZステージによる試料測定位置の自動変更
- 複数の吸収端の連続測定可能
- シャッターを設置し、測定開始時のDark currentの測定を自動化

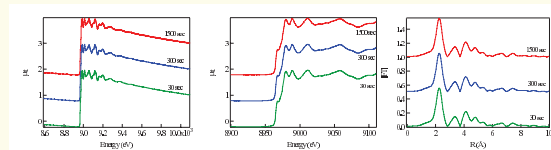
Cu箔標準試料による性能試験

QuickスキャンとStepスキャンの比較



測定時間: Stepスキャン...27分、Quickスキャン...5分

Quickスキャンの計測時間による比較



Quickスキャンにより、Stepスキャンとほぼ同等のスペクトルが得られた。また、透過法による標準試料の測定の場合、1スペクトルあたり数10秒で十分精度の高い測定が行えた。

まとめ

- BL15にQuick XAFS測定システムを構築し、ソフトウェア等の更新を行った。デモ実験から、Quick XAFS測定システムが正常に動作していることが確認された。
- 標準試料としてCu箔を用い、これまでのものおよび新しいソフトウェアでのStepスキャン、Quickスキャンの結果を比較した。この結果、Quickスキャンで全く遜色ない精度のデータが得られた。
- Quickスキャンの測定時間を短くしたところ、標準試料においてはEXAFSの1スペクトルあたり30秒程度の測定時間で十分な精度のデータが得られることが分かった。