

BL14B2 産業利用Ⅱ

1. 概要

産業利用ⅡビームラインBL14B2（2006年4月28日共用ビームラインとして追加）は、産業利用ビームラインBL19B2のXAFSを移設し、XAFS専用として整備している26本目の共用ビームラインであり07B期より供用を開始した。BL14B2では透過法、蛍光法、電子収量法などの測定技術により粉末から薄膜など様々な試料形態および広いエネルギー領域（4～72keV）により広範な元素（Ca-K～W-K吸収端）に対応し、量にも対応すべく効率的な利用を実現するためにQuick-XAFSや自動化を進めている。なお、BL19B2の全XAFS課題、BL01B1の成果専有課題を含めた産業利用分野を中心に産業利用ⅡビームラインBL14B2へ移行した。

2. 光源・光学系の現状

本ビームラインは広範な産業利用ニーズに応え、効率的な利用によって産業界の利用拡大を主な目的とした汎用的な偏向電磁石ビームラインである（図1）。光学ハッチ内は標準的な偏向電磁石ビームラインの構成である。モノクロメーターの下流側にミラーを配置し、モノクロメーターからのストレート光、反射光を選択して利用することが可能である。モノクロメーターはSPring-8標準二結晶分光器で、分光結晶には現在のところSi(111)結晶を使用している。結晶には第1、第2結晶共に間接冷却の平板結晶を採用している。ミラーは1m長の平面鏡で、ULE（超低膨張ガラス）を母材としRhをコーティングしてある。カットオフ

エネルギーに応じてミラーの視射角を0～9mradの範囲で設定可能である。本ミラーは高調波除去を主目的として利用することになるが、子午線方向の湾曲機構を有し、縦方向の集光が可能である。

本ビームラインは2007年2月20日に運転前検査に合格し、2月28日までに実施された光学ハッチ、および実験ハッチの放射線漏洩検査終了後、光学系の調整を開始した。本ビームラインでは現在、およそ3.8～72keV（ブラッグ角 $(\theta_B) = 32 \sim 3^\circ$ ）の範囲でX線のエネルギーの選択が可能である。発光点から44mの位置に置かれた水冷スリットの開口を1mm(H)×5mm(W)にしたときのフラックス（実験ハッチの試料位置、100mA運転時）は、Si(111)を使用した場合、7～35keVの範囲で 10^{10} (photons/sec) 台前半である。フラックスはPin Photodiodeを使用して測定した。実験ハッチの試料位置付近におけるビーム位置は、 θ_B が3～30°の範囲で、Si(111)では水平方向に0.1mm、鉛直方向に0.1mm程度、Si(311)では水平方向に0.1mm、鉛直方向に0.5mm程度の変動に抑えられている。

ミラーの反射率を測定した結果、30keVのエネルギーをもつX線では、3mradの視射角で強度はダイレクト光の 10^{-2} 程度であった。ミラーの視射角の設定は実験に使用するX線のエネルギーに応じて適当に選ぶことになるが、本ビームラインでは実験ハッチに設置したミラーと合わせて通常2枚のミラーを同時に使用することになるので、高調波の除去は充分に行うことができる。

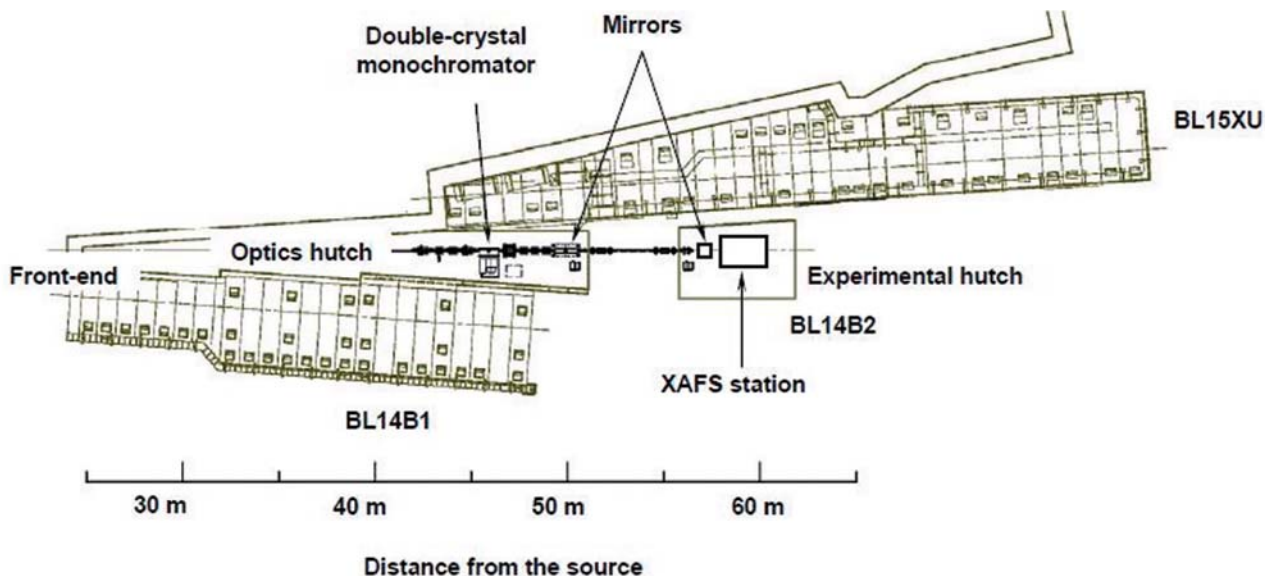


図1 BL14B2概略図

3. 実験ステーションの現状

実験ハッチには、高調波除去と入射X線を水平に戻すことを目的としたミラーが設置された定盤とXAFS測定機器類を設置するための定盤が光軸上に配置されている（図2）。ミラーを光軸上に挿入することで、モノクロメーターからのX線に平行に光軸の高さが変化する。上流側と下流側のミラー中心の距離は約7mで、視射角を最大の9mradとした場合、光軸はおよそ126mm低くなる。高調波除去のためにミラーの視射角を変えた場合でも、ミラーから下流に設置する光学機器や実験機器は昇降機付きの定盤上に設置されているため、高さ方向の調整を容易に行うことができる。

先にも述べたが、XAFSの広範なニーズに対応するために、汎用的なXAFS測定装置を整備した。検出器、各種ステージ類は、BL19B2で使用していたものを移設し、2007A期において、透過法（図2）、蛍光法、転換電子収量法、Quick-XAFSなどの測定技術の立ち上げ調整を行った。BL19B2と同様に19素子Ge半導体検出器と精密ステージを利用することによって、環境試料などの極微量な不純物、蛍光体における発光中心、燃料電池などに使用される触媒、ゲート絶縁膜や蛍光体などの薄膜の局所状態分析が可能となっている。

また、自動車の排ガス触媒や燃料電池などの触媒分野では実用条件下でのその場観察の要望が多い。そこで、反応性ガスを安全に測定試料へ供給し、使用後のガスを無害化処理して大気放出を可能とするガス供給排気装置を導入し

た。ガス供給排気装置全体の模式図を図3に示す。使用可能なガス種は、 H_2 、 O_2 、 CO 、 NO 、 H_2S などである。ガスボンベの収納ボックスは、10リットルサイズの可燃性ガスボンベを3本と支燃性ガスボンベを2本収納することが可能である。反応性ガスは5系統のガスラインを通して実験ハッチに供給される。可燃性ガス用の3系統のガスラインのうち1系統は硫黄系化合物専用ラインである。

実験ハッチまで供給された反応性ガスを実験セルに導入させるために、ガス混合調整器で反応性ガスをヘリウムと希釈することで任意の濃度に調整し、所定の流量で実験セルに供給可能である。実験セルからの排出ガスは希釈処理



図2 XAFS測定装置（透過法配置）

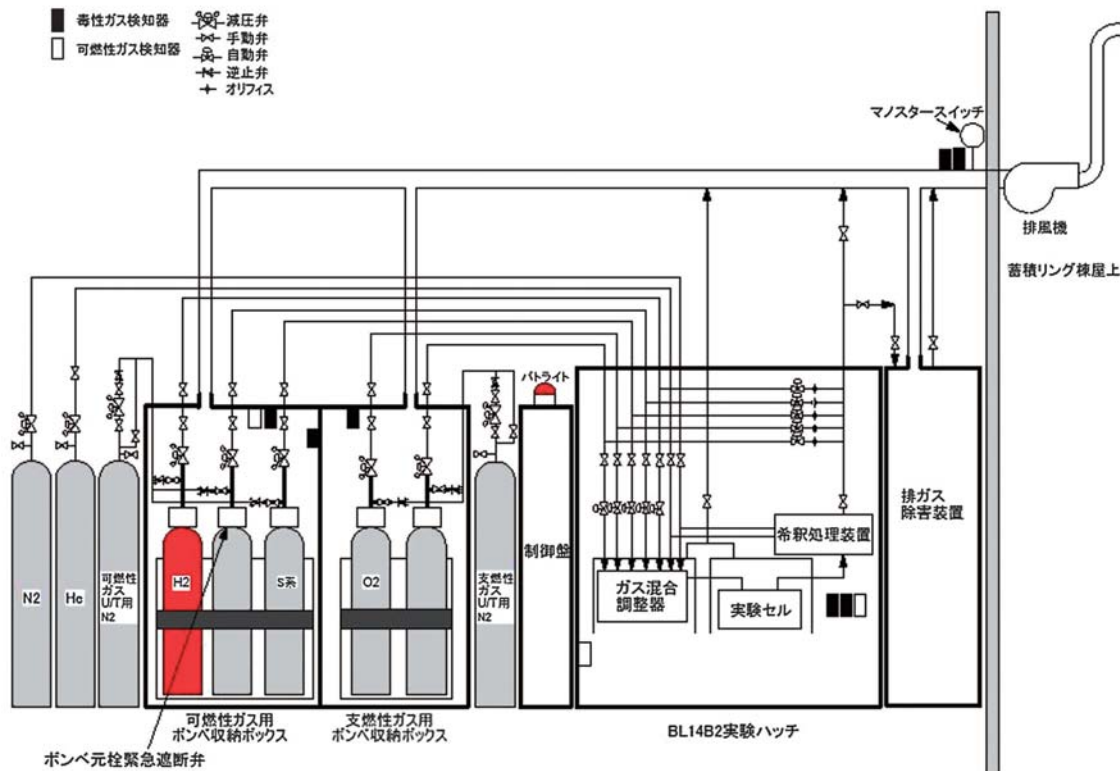


図3 ガス供給排気装置全体の模式図

装置により爆発下限界の半分以下に希釈処理した後、排気設備により排ガス除害装置を通して毒性ガスの濃度を許容濃度（TLV-TWA）以下にし、屋外へ連続的に排出することが可能である。

事故などによる人的被害の発生や機器の故障を防止するために、次のようなインターロック機構を設けている。火災検知器、ガス検知器、各配管内の圧力計、地震計などを設置して制御盤において監視している。温度上昇やガス漏れ、配管内の圧力上昇、屋外排気ラインの吸引圧の低下などの異常があった場合は、アラームを発報すると共に速やかにガスポンベの元弁を緊急遮断し、ガスの供給を停止する。緊急時には対応マニュアルに従った対応をお願いしている。安全に実験を行うための運用方針と操作マニュアルを用意しており、それらに基づいてチェックリストに従った操作をすることによって安全の確保に努めている。

測定に使用する実験セルには、透過用石英セルを準備している。また、時分割の昇温測定を行いやすくするために、温度監視プログラムを用いることができる。温度調節器を用いて昇温し、温度監視プログラムを起動させて温度監視を行う。それと測定プログラムとを同期させて任意の温度毎の測定が可能である。

4. まとめ

平成19年3月の2007A期第1サイクルにビームラインに初めて放射光が導入され、その後、光学系の調整が行われた。5月のゴールデンウィーク明けの第3サイクルからXAFS測定系の実験装置の立ち上げが行われ、夏期シャットダウン明けの2007B期第4サイクルから供用が開始された。また、11月末から成果専有時期指定の枠内でJASRI職員がユーザーに代わって測定を実施する測定代行（試行）が開始された。

産業利用推進室 産業利用支援グループ
本間 徹生、廣沢 一郎