

3-3 実験ステーション

3-3-1 共用ビームライン

BL01B1

XAFS

1. はじめに

ビームラインBL01B1では、広いエネルギー領域（3.8～117 keV）に渡り、微量元素測定や時間分解測定など多様な手法を用いたXAFS研究が実施されている。2014年度も、実験ステーションに大きなトラブルはなく、概ね順調にユーザー利用に供された。最新のビームラインの状況、マニュアルなどの各種情報はBL01B1のホームページ(<http://bl01b1.spring8.or.jp/>)に掲載されている。

2. In-situ XAFS/XRD 同時計測システムの開発

BL01B1では、反応過程にある試料に対しin-situ XAFS/XRD同時計測システムの開発を進めている。本計測システムの構築により、XAFSからは、測定対象元素の化学状態および局所構造情報が得られる。また、XRDからは、試料の結晶子部位の結晶構造に関する情報（結晶系、結晶子サイズ、結晶格子長、結晶の生成・消滅等）が得られる。両データを統合して解析することにより、反応過程にある測定試料に対し、より詳細な構造・化学状態変化のモデルを構築することが期待できる。また、本計測システムにより、同一観察領域に対して連続的に同一条件下で測定することが可能となるため、個別計測で問題となる観察領域や測定条件の微妙な違いに由来する計測データの偏差を考慮する必要がなくなり、測定の信頼性が向上する。2014年度は、試料環境（温度、ガス雰囲気）を制御できる試料セルを開発し、それを装備したin-situ XAFS/XRD同時計測システムの構築を進めた。

試料セルの目標到達温度は、800°Cとした。試料セルの昇温にはロッド型ヒーターを用い、熱電対により試料近傍の温度計測を行い、フィードバック制御し温度制御す

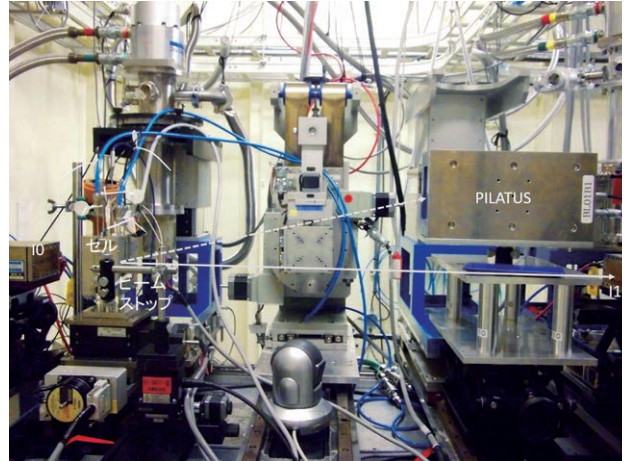


図1 試料環境制御in-situ XAFS/XRD計測システムの配置概観

る方法を採用した。試料セルの窓にはカプトン膜（50 μm厚）を用い、冷却水を流した金属板で押さえることにより冷却を行う方式とした。計測試料は、ガスの透過性を高めるため、ステンレス製リング状試料ホルダー（7 mm Φ）内に粉末状試料をハンドプレスで圧縮し詰め、試料ホルダー毎試料セル内に設置する方式を採用した。

図1にin-situ XAFS/XRD計測システムの配置概観を示す。試料セルは、自動XZステージ上に設置し、精密位置制御を行う。試料下流にイオンチェンバーおよび2次元ピクセル検出器PILATUS 100Kを設置し、透過法XAFSスペクトルおよびXRD像をそれぞれ計測する。XRD計測時は、ビームストップを試料直下流に設置し、自動XZステージを用いて最適位置に精密調整を行う。

本計測システムに対するテスト計測の結果について以下に示す。テスト試料は、Ru(PPh₃)₃Cl₂/zeoliteお

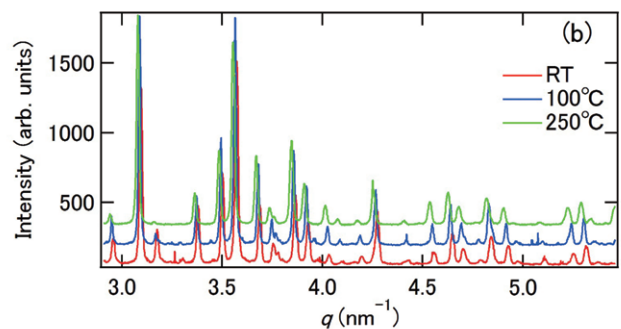
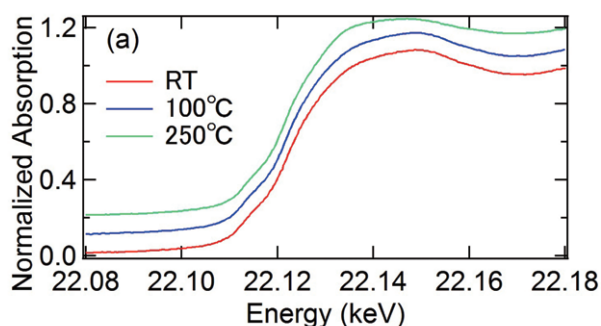


図2 (a)Ru K吸収端in-situ XANESスペクトル、(b)in-situ XRDプロファイル。試料：Ru(PPh₃)₃Cl₂/zeolite、ガス雰囲気：Heフロー、計測温度：室温、100°C、250°C。

よび Ru (PPh₃)₃Cl/zeolite ペレットを用いた。測定は、試料のガス雰囲気として He フロー下で行った。図 2 に Ru (PPh₃)₃Cl₂/zeolite の Ru K 吸収端 in-situ XANES スペクトルおよび in-situ XRD パターンのデータを示す。XAFS、XRD 共に、15 分程度の計測で解析に十分な質のデータを得ることができた。しかしながら、セル温度の最大到達温度は 250°C に留まり、目標最高温度 800°C まで上昇することができなかった。現在、ヒーターパワー、セル内冷却水流路、X 線窓形状など、セルの改良に向けた検討を進めている。

利用研究促進部門 分光物性 I グループ
伊奈 稔哲、加藤 和男
新田 清文、宇留賀 朋哉