

軟 X 線 XAFS ラウンドロビン実験による SAGA-LS BL10 と BL12 の比較

吉村大介、小林英一、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

ラウンドロビン実験は、国内のシンクロトロン光施設やレーザー施設が連携して共用を促進することを目的とする光ビームプラットフォーム事業(詳細は、<http://photonbeam.jp/>を参照)の一環として行われている。同一の測定手法を持つ各施設において、同一の試料を持ち回り、測定条件もなるべく揃えて実験を行うことにより、各施設での状況や特徴などの情報を施設間で共有することを目的としている。

本発表では、“軟 X 線 XAFS”ラウンドロビン実験の一環として九州シンクロトロン光研究センターの 2 本の軟 X 線ビームライン(BL10 及び BL12)で実施した結果を報告する。偏向電磁石を光源とする BL12 に対し、BL10 は可変偏光アンジュレータを光源とするビームラインであり、これら光源の特徴を踏まえながらそれぞれのビームラインで得られるスペクトルの比較を行う。他施設での結果についても将来的に同事業の HP 等での公開が予定されている。

軟X線XAFSラウンドロビン実験による SAGA-LS BL10とBL12の比較

吉村大介、小林英一、岡島敏浩 九州シンクロトロン光研究センター（SAGA Light Source）



概要

ラウンドロビン実験とは、国内の放射光施設やレーザー施設が連携して共用を促進することを目的とする、光ビームプラットフォーム事業の一環（詳細は<http://photonbeam.jp/>参照）として行われている様々な活動の一つである。具体的には、同一の測定手法を持つ各施設に同一の試料を持ち回り、測定条件等もなるべく揃えた条件下で実験を行うことにより、各施設での状況や情報を共有し、利用者に対するフィードバックに役立てることを目的としている。

本発表では、「軟X線XAFS」ラウンドロビン実験の一環として、九州シンクロトロン光研究センターにおける2本の軟X線ビームライン（BL10及びBL12）で行われた測定の結果を報告する。

また、測定したスペクトルだけなく、それぞれのビームラインの持つ装置上の特徴も含めて、これらのビームラインの現状を紹介する。

軟X線XAFSラウンドロビン実験には、他にも立命館SRセンター、KEK-P、Spring-8、NewSUBARU、あいちSRといった国内の放射光施設が参加している。今回は取り上げないが、他施設での結果についても将来的に光ビームプラットフォームのHPにて公開が予定されている。

SAGA-LS軟X線ビームラインの概要

BL10/BL12の分光器について

SAGA-LSの軟X線ビームラインBL10及びBL12の仕様のうち、主に分光器に関する項目を下表にまとめた。分光器の種類や平面回折格子の中心刻線密度、偏角（回折格子への入射角+出射角）が可変か固定かという点等、分光器の仕様はかなり異なる。基本的に分光器の分解能は、似たような光学素子の構成であれば回折格子の刻線密度が高い方が良くなるので、BL10の回折格子G2を使用する領域の分解能が比較的高くなる。但し、分解能を上げることは分光後の強度を下げる意味があるので、BL10はアンジュレータの利用、BL12は待避鏡の取り込み角を広く取ることで光量を稼いでいる。

・BL10/BL12の分光器の比較

	分光器／回折格子	エネルギー及び偏角	光源
BL10	可変偏角型不等刻線間隔平面回折格子 中心刻線密度 300 (G1), 1200 (G2) lines/mm	40-600eV / 168°-176.5° (G1) 200-1200eV / 170°-175.5° (G2)	アンジュレータ光
BL12	定偏角型不等刻線間隔平面回折格子 中心刻線密度 600 lines/mm	40-200eV / 167° (M23) 200-550eV / 172° (M22) 500-1500eV / 174° (M21)	ペニティング光

測定試料について

今回の測定に用いた試料は、Graphite/HOPG以外は粉末をカーボンテープ上に固定したもので、既に他施設でのラウンドロビン実験に使用したものと、そのまま使用した。測定範囲やステップ設定等の条件も同一である。BL10及びBL12の装置構成等の説明は省くが、試料ホルダーや導入槽などに関する仕様を下表にまとめた。

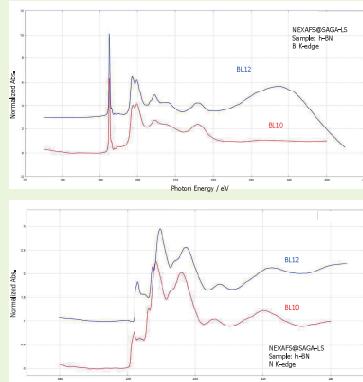
BL12では大きめの試料ホルダーを複数個同時に仕込んで排気することができるため、試料入れ替えの際の時間ロスが少なくて済むことや、搬送導入機を用いて所外で作製した試料を大気にさらさずに持ち込んで測定できるという特徴がある。また、今回の測定は全電子収量法を行ったが、BL12では蛍光吸収量法による測定にも対応が可能である。

・試料に関する仕様

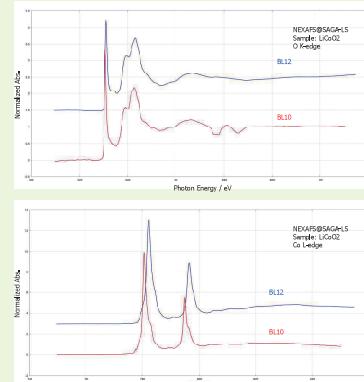
	試料ホルダー	試料導入槽	その他
BL10	板状(13×8mm)	1塵に導入できるホルダーは1つ、搬送導入機の利用は不可	加熱/スパッタ処理、試料ストック(4個)が可能 測定槽マニピュレーターは液体ヘリウム浴槽可
BL12	円錐状(1インチ径), 板状(17×18mm)	1塵に1個又は4個のホルダーを 塵入り可、搬送導入機の利用可	蛍光吸収量測定に対応可

BL10&12におけるXAFS測定結果の比較

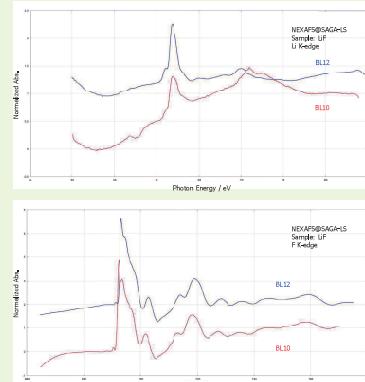
Hexagonal Boron Nitride : h-BN



Lithium Cobalt(III) Oxide : LiCoO₂



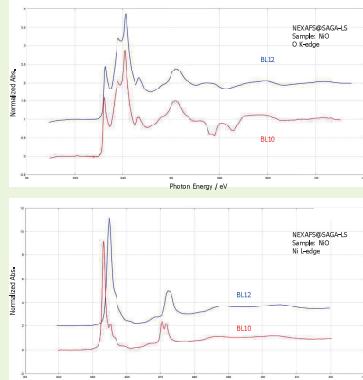
Lithium Fluoride : LiF



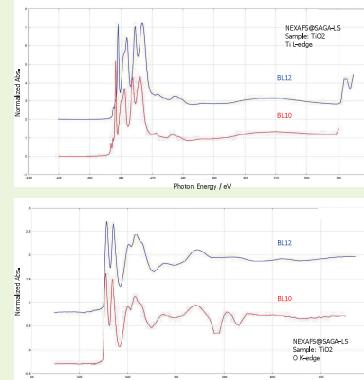
上がガウツ素、下が窒素のK吸収端近傍の吸収スペクトルである。
BL10、12の両者間にベースラインの形態等が大きく異なるため、規格化はメインピークの強度で行った。他の試料についても同様である。

どちらの吸収端においても最も複雑なピークが観測されるが、N領域では横幅が狭く強度の違いがあることがわかる。

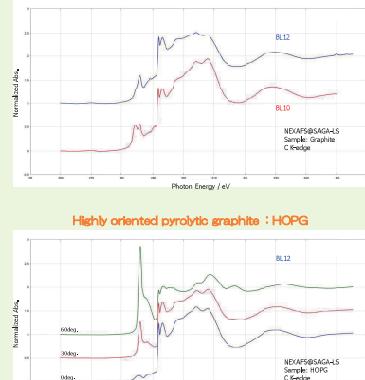
Nickel(II) Oxide : NiO



Titanium(IV) Oxide : TiO₂



Graphite



上は炭素のK吸収端、下はオキシドのK吸収端近傍のスペクトルである。
他の試料でも同様に、O領域のスペクトルでのCr由来のピークや、BL10でのエネルギー強度の不一致、高エネルギー側強度が低くなるのはBL10側の分解能が良い傾向が確認できる。

まとめ

- ・BL10/BL12におけるエネルギー強度の差について

どちらのビームラインにおいても、窒素やアルゴンガスの不活性ガスの吸収測定や、金の4倍位の測定子スペクトル強度を行い、定期的にエネルギー範囲の校正を行っているにこだわらず、同一試料の測定においてエネルギー範囲の絶対値にずれが生じた。エネルギー校正を行っていないといいえ、限られた測定範囲をベースにした校正式で高いエネルギー範囲まで精度よくカバーするのには非常に困難である。

したがって、標的的対照精度を求める実験には、ターゲットの試料の測定に加えて標準試料の測定が不可欠である。
- ・分解能の差について

光量の様子やスベクトルの形状による誤差の影響による分解能の差が確認できた。

BL10様の測定によると、BL10はエネルギー範囲で刻線密度の高い回折格子(G2)を使用しているため、分光能が高くなる。BL10のエネルギー範囲で刻線密度の低い回折格子(G2)を使用しているため、分光能が高くなる。

一方で分解能が高いければ、分光光の強度は弱くなる。BL10とBL12のエネルギー範囲では刻線密度の高い回折格子(G1)と比べて、強度が高くなる。

これはスペクトルのSの遷移や、測定時間の測定削除につながる。

上はグラファイト、真ん中はHOPGのK吸収端近傍のスペクトルである。
下二つはエネルギー強度の測定を行っている。O-edgeで導入装置である。

ピーク強度のエネルギー依存性については、ほぼ同じ結果が得られる。

BL10のスペクトルには、標準のエネルギーの直前に本体は現れない構造がている。これは、光学素子の劣化による吸収の影響により、lo電流による障害範囲がうまく行われないことが原因と考えられる。

また、この構造では構造エネルギーが分解能の差が底限無いことが分かる。