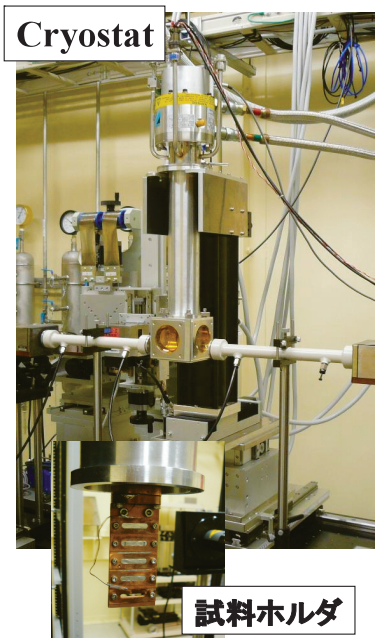
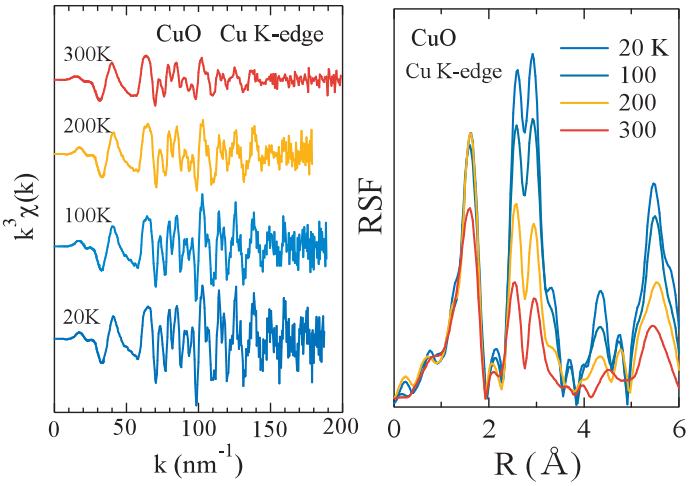
低温測定



測定方法 ： 透過法、蛍光法
最低温度 ： **20K**
試料形状 ： ペレットなど

CuO　Cu K-edge



Outline

- **XAFS分析と測定方法**
  - XAFSの特徴と測定対象
  - Quick XAFS(QXAFS)とEnergy Dispersive XAFS(DXAFS)
  - XASF測定が可能なSPring-8共用ビームライン
- **SPring-8産業利用Ⅱビームライン BL14B2**
  - BL14B2の概要とXAFS測定可能な元素
  - XAFS測定装置など
- **ガス供給排気装置とin situ XAFS測定**
  - ガス供給排気装置の現状
  - 反応ガス雰囲気下におけるin-situ XAFS測定

ガス供給排気装置導入の目的

背景

高速XAFS測定環境（QXAFS（BL01B1, BL14B2)やDXAFS（BL28B2））が整備されたことにより、（特に触媒研究について）可燃性ガスや毒性ガスを使用するその場状態測定（in-situ測定）の課題が増加してきた。

・排出ガスは無害化処理後アルミニウムバッグで回収、化学試料準備室で排気
→連続処理ができない、使用できるガス量・ガス種が制限

・反応系・除害システムは各ユーザーが用意する。

・安全審査の厳格化
（安全対策の強化：ガス検知器の準備など）

- ユーザーの負担軽減
- より多種のガスの使用を可能にする
- 実験の安全性の向上

ガス供給排気装置の概要

➢ 反応ガスを測定試料まで安全に供給し、使用後のガスを無害化処理して屋外に連続的に排気する。

- ガスボンベ収納ボックスに可燃性ガスと支燃性ガスを個別に収納
- それぞれのガスボンベには緊急遮断弁を取付け、緊急時には自動的に元弁を閉める
- 反応ガスをガス混合調整器で任意の濃度と流量に調整し、実験セルに導入

ガス供給排気装置の概要

- 反応後、排出ガスを希釈処理装置により、爆発下限界の半分以下の濃度に希釈
- 毒性ガスの場合、排ガス除害装置で許容濃度（TLV-TWA）以下に処理
- 屋外に設置した排気ファンにより、無害化したガスを連続的に排気
- ガス検知器（H_2および炭化水素用、毒性ガス用）および火災検知器、地震計、圧力計を設置して異常を監視

ガス供給排気装置の概要

➢ 使用可能ガス種および最大濃度

- H_2※、炭化水素、O_2※：100%
- 毒性ガス（CO※、NO※、H_2S、SO_2、$(CH_3)_2S$：10%）

☆☆使用希望ガスについては相談ください☆☆

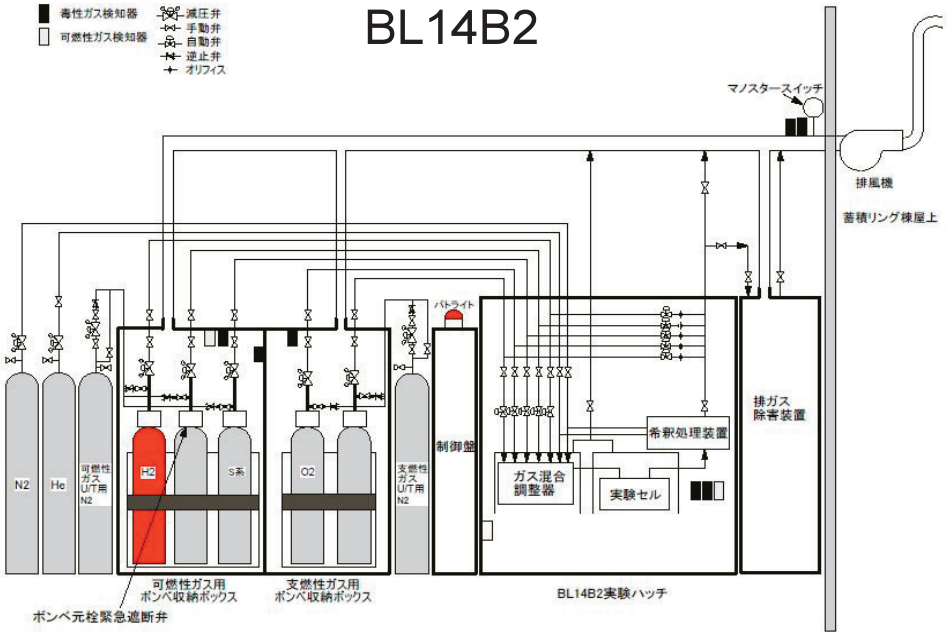
※ BLに常設（H_2、O_2、10% CO+He、10% NO+He）

■ご用意頂くもの

・実験で使用する反応ガス（安全審査をパスしたもののみ持込可能）
容器仕様：10Lボンベ（元栓がハンドルタイプのみ使用可能）

・持込機器用筐体（セル、混合器を持ち込む場合）

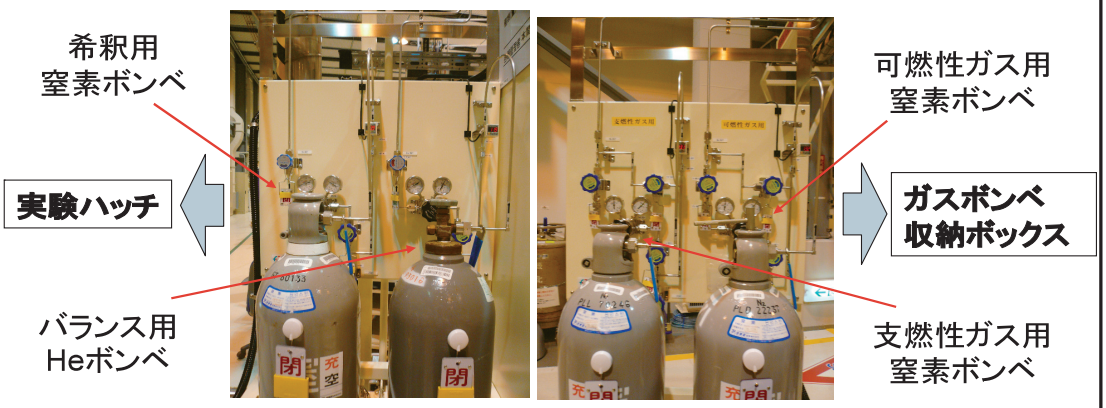
ガス供給排気装置概念図



希釈・バランス・パージ用ボンベ

◆N2ガスボンベ：排出ガス希釈用
　Heガスボンベ：実験ガスバランス用

◆U/T用N_2ガスボンベ：可燃性ライン用と支燃性ライン用の2本準備
　配管内の窒素パージおよび気密検査用



ガスボンベ収納ボックス

◆可燃性ガスボンベ収納ボックス：10Lボンベを3本設置可能
うち1本は硫黄系ガス専用ライン
（H_2、CO、H_2S、・・・）

◆支燃性ガスボンベ収納ボックス：10Lボンベを2本設置可能
（O_2、NO、・・・）

可燃性ガスボンベ
収納ボックス

支燃性ガスボンベ
収納ボックス

実験ハッチ

ガス混合装置

ガスボンベ

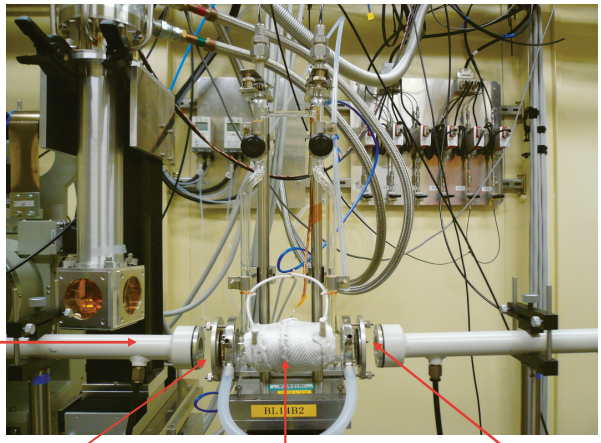
実験セル

ガス流量制御

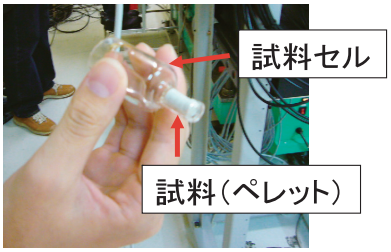
実験セル

ガス混合装置

ガス希釈処理装置、ガス分析装置



石英製透過法実験セル
- 最高温度 ： **800℃ (1073 K)**
- 試料形状 ： ペレット
- 試料サイズ：
  - φ7 mm ×15 mm (t)
  - φ10 mm ×15 mm (t)



蛍光法実験セルを導入予定
2009年4月以降