

# 光ビームプラットフォームによる軟 X 線ラウンドロビン実験 Soft-Xray XAFS Round-Robin Experiments Planned by the Photon-Beam Platform

伴 弘司<sup>1</sup>, 渡辺 義夫<sup>2</sup>, 家路 豊成<sup>3</sup>, 上原 康<sup>2</sup>, 野本 豊和<sup>2</sup>, 吉村 大介<sup>4</sup>, 雨宮 健太<sup>1</sup>

Hiroshi Ban<sup>1</sup>, Yoshio Watanabe<sup>2</sup>, Toyonari Yaji<sup>3</sup>, Yasushi Uehara<sup>2</sup>, Toyokazu Nomoto<sup>2</sup>, Daisuke Yoshimura<sup>4</sup>, and Kenta Amemiya<sup>1</sup>

<sup>1</sup>KEK 物質構造科学研究所 放射光, 〒305-0801 つくば市大徳 1-1

<sup>2</sup>科学技術交流財団あいちシンクロtron光センター, 〒489-0965 愛知県瀬戸市南山口町 250

<sup>3</sup>立命館大学 SR センター, 〒525-8577 滋賀県草津市野路東 1-1-1

<sup>4</sup>佐賀県地域産業支援センター九州シンクロtron光研究センター, 〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘 8-7

<sup>1</sup> Aichi Synchrotron Radiation Center, 250-3 Minamiyamaguchi-cho, Seto, Aichi, 489-0965, Japan

<sup>2</sup> KEK Institute of Materials Structure Science, Photon Factory, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

<sup>3</sup> Ritsumeikan University SR Center, 1-1-1 Nojihigashi, Kusatsu, Shiga, 525-8577, Japan

<sup>2</sup> Kyushu Synchrotron Light Research Center, 8-7 Yayoigaoka, Tosu, Saga, 841-0005, Japan

## 1 はじめに

文部科学省先端施設共用促進事業（2016 年度開始の 5 か年の委託事業）のもとで、放射光施設を有する 6 機関と大型レーザー施設を有する 2 機関のネットワークとして光ビームプラットフォームが形成されている[1]。この事業では、施設の連携を活かす取組として、ラウンドロビンによる放射光施設間の実験データの互換性検証を進めており、硬 X 線 XAFS と硬 X 線光電子分光は 2016 年度から、軟 X 線 XAFS は 2017 年度から着手した。軟 X 線 XAFS では、当初は基板にとりつけた同一試料を各施設に順繰りに渡して測定する方法をとったが、長期間大気に暴露すると試料が吸湿する場合があることや、個々の施設に適した試料の準備が出来ないことなどから、2018 年度からは各ビームラインで最適な方法で実験材料を取り付けて測定する方針に変更した。今回、我々はそれに沿って BL-16A で実験を行った。

## 2 実験

軟 X 線 XAFS の実験計画全体としては 50~5000 eV に吸収端を持つ元素を対象として試料を選定し（表 1）、その中で各施設・ビームラインで実験可能な対象を選択することになっている。今回の BL-16A の実験では表 1 の中で下線を付けた吸収端を選び、表 2 に示す掃引条件で全電子収量法を用いて実験を行った。実験試料は、試料台に導電性カーボンテープを貼り、そこに微粉化した粉末試料を薄く押し付けて固定化することで作成した。なお、BL-16A の試料位置におけるビームサイズは、おおむね 0.1 mm（垂直）×0.5 mm（水平）程度、光子数は  $10^{10}$ ~ $10^{12}$  photons/s である[2]。

表 1 全体計画と今回の実験対象

試料	吸収端	試料	吸収端
HOPG	<u>C-K</u>	MgO	<u>Mg-K</u>
graphite	C-K	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al-K
NiO	O-K	Si-wafer	Si-K
	<u>Ni-L</u>		(EXAFS)
LiCoO <sub>2</sub>	O-K	SiO <sub>2</sub>	Si-K
	<u>Co-L</u>		(EXAFS)
BN	B-K	FePO <sub>4</sub>	P-K
	<u>N-K</u>	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Si-K
LiF	Li-K		(EXAFS)
	<u>F-K</u>	NaCl	Cl-K
rutile-TiO <sub>2</sub>	O-K	KCl	K-K
	<u>Ti-L</u>	Ca(OH) <sub>2</sub>	Ca-K
	Ti-K		

## 3 結果および考察

実験で得られた XAFS スペクトルを図 1 に示す。他施設で得られた実験結果との比較においては、チャージアップ等によってベースラインは影響を受けやすいことや、光学系の分解能によってスペクトル形状の鋭さが影響を受けることなどを予め念頭におく必要がある。また、軟 X 線 XAFS の実験においては、通常はエネルギー（横軸）は Au 等のスペクトルを基準として相対的に掃引条件を設定するために、基準物質やそのスペクトルのピーク位置の判断などによって、オフセットが生じやすい。同じビームラインで得られる実験結果の間では系統的な要因として問題視されることはあまり無いが、異なるビーム

表 2 実験条件

sample	BN			sample	LiF		
edge	N-K			edge	F-K		
data block	XANES range = 380 - 460			data block	XANES range = 665 - 770		
	Energy /eV	Step/eV	Num		Energy /eV	Step/eV	Num
1	380 - 400		1 20	1	665 - 688		1 23
2	400 - 410	0.1	100	2	688 - 700	0.1	120
3	410 - 425	0.2	75	3	700 - 725	0.2	125
4	425 - 460		1 35	4	725 - 770		1 45
	total data points 230				total data points 313		

sample	rutile-TiO <sub>2</sub>			sample	LiCoO <sub>2</sub>		
edge	Ti-L			edge	Co-L		
data block	XANES range = 440 - 525			data block	XANES range = 750 - 845		
	Energy /eV	Step/eV	Num		Energy /eV	Step/eV	Num
1	440 - 455		1 15	1	750 - 774		1 24
2	455 - 470	0.05	300	2	774 - 800	0.1	260
3	470 - 525		1 55	3	800 - 845		1 45
	total data points 370				total data points 329		

sample	NiO			sample	MgO		
edge	Ni-L			edge	Mg - K		
data block	XANES range = 840 - 920			data block	XANES range = 1270 - 1450		
	Energy /eV	Step/eV	Num		Energy /eV	Step/eV	Num
1	840 - 850	0.5	20	1	1270 - 1300		3 10
2	850 - 865	0.1	150	2	1300 - 1304	0.5	8
3	865 - 880	0.2	75	3	1304 - 1320	0.1	160
4	880 - 900		1 20	4	1320 - 1330	0.5	20
5	900 - 920		2 10	5	1330 - 1360		1 30
	total data points 275			6	1360 - 1450		3 30
	total data points 275				total data points 258		

ラインで得た実験結果との比較では注意が必要となる。我々の実験でもスペクトル形状は同じでも施設間で生データはピーク位置が 4 eV 程度異なる場合があった。この場合、エネルギーを補正すればスペクトルは重なる。これらを踏まえて判断すれば、施設間で実験データは良い一致を示した。

なお、フッ素系材料や絶縁性の金属酸化物などではチャージアップが起きやすいが、今回の実験でも、ベースラインの形状から判断すると BN、LiF、MgO ではチャージアップが起きていると考えられた。他施設での経験を踏まえ、試料は導電性テープに薄く均一につけるように心がけたが、取り付け方法についてさらに検討の余地があると思われる。

#### 4 まとめ

軟 X 線 XAFS の場合、ビームラインの汚染、高次光や迷光、回折格子のメカ的な諸要因、チャージアップなど、様々な点に留意する必要がある。そのような知見を深め、ユーザーに安心して実験を行っていただける環境を作るために、光ビームプラットフォームはラウンドロビンが有用と考えて検討を進めている。また得られた結果は、基盤的なデータとして価値があることから、ラウンドロビンを実施している各施設では、報告書やホームページ等により情報公開を進めている。詳しくは各機関の website をご覧頂きたい。光ビームプラットフォームの website でもそれらのリンク情報を発信している。

#### 参考文献

- [1] <https://photonbeam.jp>
- [2] [http://pfwww.kek.jp/users\\_info/station\\_spec/b116/b116a.html](http://pfwww.kek.jp/users_info/station_spec/b116/b116a.html)

連絡担当者： hban@post.kek.jp

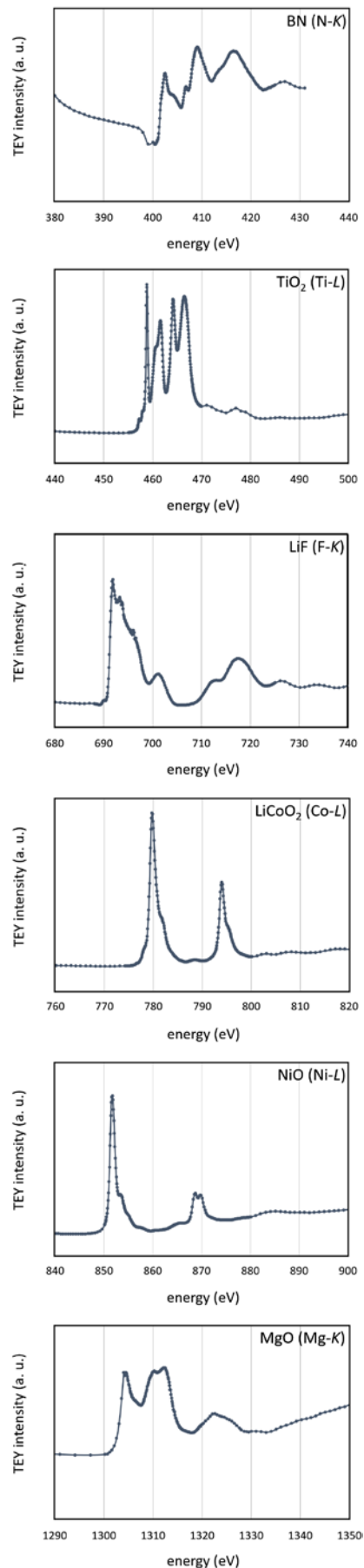


図 1 実験結果