挿入光源(BL10XU)と第3世代XAFS 一高輝度光源のもたらす新世界一

電子技術総合研究所電子基礎部 大柳宏之, JASRI 石井真史 電子技術総合研究所電子基礎部 李 哲虎, ローマ大学 N. L. Saini 大阪大学基礎工学部 桑原裕司, 斉藤 彰 東レリサーチセンター 橋本秀樹, 東京工業大学 泉 康雄

Hiroyuki OYANAGI, Masashi ISHII, Chul-Ho LEE, Naurang L. SAINI, Yuji KUWA-HARA, Akira SAITO, Hideki HASHIMOTO and Yasuo IZUMI: Third Generation XAFS Using Tunable X-Ray Undulator at BL10XU of SPring-8 – Another Paradime with High Brilliance Photon Source –

We report on the initial test of undulator tuning for the beamline BL10XU at Spring-8. The optics of BL10XU is quite simple, i.e., major optical components are a rotated-inclined double crystal monochromator designed by Ishikawa and a double flat mirror. One of a standard in-vacuum type undulator (U032V) is used. Since a typical energy range of ~ 1 keV is required as a routine EXAFS scan, both monochromator and undulator gap should be controlled during a scan; an undulator gap is varied so that a monochromator acceptance can track the undulator peak. On varying an undulator gap from 9.6 mm to 22 mm, a wide energy range (5-30 keV) is covered. We demonstrate that undulator tuning can provide glitch-free transmission spectra with a high energy resolution (1.5 eV at 9 keV).

1. はじめに

X線吸収分光 (XAFS)^{注1} は光電子をプローブとして内 殻励起の終状態効果から物質の電子状態や原子配列を調 べるX線分光法である.手法の詳細と最近の10年間の 成果については解説¹⁾を参照されたい.10¹⁹/cm³以下の 濃度領域の固体試料や10¹⁴/cm²以下の表面原子を対象と するXAFSには蛍光検出法が用いられる.蛍光検出法で は光源の輝度と検出器の効率がキーポイントである.そ のため各国の放射光施設において挿入光源を半導体多素 子検出器と組み合わせたXAFSの高感度化に関するR&D が進められている.ESRF, APS, SPring-8等の第3世代蓄 積リングでは低エミッタンス (<10 nmrad)の恩恵で硬

注1 吸収端から約50 eVの領域にみられる鋭い構造は, XANES (X-ray Absorption Near Edge Structure) と呼 ばれ,広いエネルギー範囲にわたりゆっくりと振動す る EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) と区別される。 X線領域をカバーするアンジュレーターが広く使われる ようになった. アンジュレーターはウイグラーに比べて 格段に指向性が高くビームの平行性が高いので表面敏感 な配置など高輝度ビームを必要とする実験には恩恵が大 きい.²⁾ SPring-8 では共同利用ビームラインの一部を全国 の研究者がワーキンググループを組織して建設している が、ここで紹介する BL10XU には本稿の共著者を中心に 組織された高輝度 XAFS グループが設計・製作を担当し た蛍光 XAFS 測定装置が設置されている. 立ち上げ作業 は1997年12月から1998年10月までの約1年間をかけて 行われた.標準型アンジュレーター (U32V) のギャップ を分光器に同期して制御することにより、1次光および3 次光を用いて5~30 keVのエネルギー範囲において高 エネルギー分解能のX線吸収スペクトルを得ることがで きる.BL10XUステーションは高感度蛍光XAFSを目的 として設計されたが, クライオスタットに単結晶試料を マウントしたままで任意の結晶軸に電場ベクトルを平行 にすることができるため, 偏光依存スペクトルの温度変 化が容易に行える.検出器システムとしては高密度ピク

セル検出器を開発したが、これについては現在、調整段 階であるので別の機会に譲り、本稿ではアンジュレータ ーのギャップ制御等の XAFS 装置の基本性能について述 べる.

2. 高輝度 XAFS

2.1 アンジュレーターの特徴

アンジュレーターの特徴は、高輝度、平行性、コヒー レンスにすぐれていることの他、偏光性が容易に制御で きることである.特に偏光制御は磁気円二色性(XMCD, X-ray magnetic circular dichroism)に有利な性質で、一 足先にアンジュレータによる研究が開始されたESRFを 中心に活発な研究が行われている.平行性のよいビーム が得られることは高分解能光学系にはうってつけである が、反面、エネルギーバンド巾が狭く、一般にはXAFS (特にEXAFS)では光源強度がピークを離れると強度が 激減しそのままではスペクトル測定ができない.

EXAFS スペクトルを測定するには頻繁に1 keV 程度の 範囲に渡りエネルギー走査を行う. さらに吸収端を選ぶ 際には、より広いエネルギー範囲で中心のエネルギーを 変える必要がある. Caから In までの元素のK吸収端をカ バーするためには、最大で24 keV もの範囲をカバーし なければならない. アンジュレーターのエネルギーは磁 場の強さと周期によって決まるため一定の周期の磁石列 では磁石間隙(ギャップ)を変化させることによりピー ク位置を移動することができる. これをアンジュレータ ーのギャップチューニングと呼ぶ. これによりピーク位 置を制御し基本波長(1次光)と高次光(3次光)を使っ て硬X線領域(5~30 keV)の領域を連続的につなげる ことができる.³⁾

このアンジュレーターの磁石列のギャップを変化させた場合のスペクトルを図1に示す.3) この結果からギャ



図1 SPring-8 U32V型アンジュレーターの輝度分布のK値 依存性. (Brilliance of undulator for BL10XU at SPring-8 (Kitamura, 1994). Three spectra with various deflection parameter values (Ky = 0.3, 2.3) are shown in logarithmic scale.)

ップを制御してスペクトル中心を分光器と同期して走査 すれば1次光と3次光を組み合わせることにより,目的 のエネルギー領域(5~30 keV)を供給できることがわ かる.K値注2 は磁場の強さで決まる光源の性質を決める 重要なパラメータでギャップを小さくすればK値も減少 しスペクトルは高エネルギー側へシフトする.この図に は3つの異なるK値に対するスペクトルを重ねて示した が,連続的に変化させたときのピーク値の描くスペクト ルを示したのが図2である.比較のため Photon Factoryの 放射光, ウイグラー光, および7 GeV の第三世代リング である APS の標準的なアンジュレーターの場合を示して ある. 輝度 (brilliance) については Photon Factory のウイ グラー光と比べて5桁, APSのアンジュレーターと比べ ても1桁高い.このことは一方で熱負荷では逆に不利と なる.ウイグラーに比べてパワー密度が実に200倍にも 達している.

2.2 アンジュレータービームラインの光学系

アンジュレーターはビームの平行性が高いので高輝度 ビームが簡単な平行ビーム光学系で実現できる.ビーム 発散の大きい第2世代放射光では広がったビームを収束 するのにミラーや湾曲結晶などの光学素子が用いられる が、平行ビームではその必要がなくしたがって光学系は いたって簡素である.SPring-8のアンジュレータービー ムラインBL10XUの光学系(図3)は2結晶分光器と可 変臨界角平行ミラー(2枚)からなる.1次光と3次光に Si(111)を用い2結晶分光器のブラッグ角走査と磁石列 のギャップ調整の同期をとることにより、広いエネルギ



- 図2 SPring-8 U32V 型アンジュレーターの K 値を変化さ せたときのピーク輝度の変化. (Envelope functions of undulator peak (solid line) are compared with those for the bending magnet and multipole wiggler (BL13B) at Photon Factory.)
- 注2 K = $\gamma \Psi_0 = eH_0\lambda u/2\pi mc^2 = 0.934B_0$ (T) λu (cm), こ こで Ψ_0 , B_0 (T), λu は電子軌道の最大曲げ角, 最大 磁束密度, 磁場周期長である. $\gamma = \{2(1/\beta - 1)\}^{-1/2}$ は 電子のローレンツ因子, H_0 は最強磁場である。

ー領域で高輝度の単色ビームを得ることができる.この 方法ではギャップを制御する速度をあまり大きくとれな いので高速のエネルギースキャンには向かないが,最も



図3 SPring-8のBL10XUの光学系(Optics for BL10XU at SPring-8.)

基本的なアプローチである.

光学素子の設計においてはアンジュレーターの熱負荷 (パワー密度)が最大の問題である.結晶表面の熱負荷を 低減するため、ビームの縦横方向に照射面を広げる回転 傾斜配置(Rotated inclined geometry)⁴⁾が用いられる. この方法ではパワー密度を直入射の1/57にまで下げられ るため、ピンポストクーリングなどシリコン結晶の直接 水冷技術により最大パワーの1/5である20 mAの運転条 件では熱負荷の深刻な問題はない.光線追跡を行うと回 転傾斜配置では、非対称反射の2結晶分光器(+,-配 置)となるため結晶の回折曲線が従来の約2倍となる結 果であった.エネルギー分解能が悪くなる恐れがあった が実際にエネルギー分解能を見積もると9 keV 付近で1.5 eV となり Photon Factory の場合よりむしろ向上している.



図4 SPring-8のBL10XUの光線追跡による位相図(上) とスポット図(下). (Phase diagrams (top column) and beam profile (bottom) at the sample position (55m) in the upstream experimental hutch of BL10XU calculated by a ray tracing code.)



図5 SPring-8のBL10XUの光線追跡によるビームプロファイル. (Beam profiles at various positions along the beamline, 52m, 55m and 58m.)



図6 アンジュレーターのギャップチューニングと分光器の制御 (Principle of undulator tuning. On increasing the Bragg angle of monochromator with a typical band path of 10-4, the output intensity smoothly decreases (a-b) until the deflection parameter is tuned to give a sharp rise (c) followed by a smooth decrease (c-d).)

幾何学的な分解能は発散が小さいこともあり全体のエネ ルギー分解能にはあまり寄与しないが,結晶の回折曲線 に左右される.したがって将来的にはシリコンの熱膨張 係数が零となる温度で用いる低温冷却法やより熱交換効 率のよい結晶冷却法の開発が必要である.

図4には光線追跡により得られたアンジュレーター軸 上放射に対するX方向位相図,Y方向位相図,スポット 図を示した.計算は8 keVX線についてのものである. 位相図からX方向は発散ビームになっていることがわか る.位相図の傾きから仮想物面の位置を計算するとX方 向は光源上方へ8 m地点であるが,Y方向はアンジュレ ーターの中心位置で近似できる.図5には光源から試料 位置までの距離を52 mから58 mまで変化させた時のス ポット図を比較したものであるが,この範囲でほとんど 一定したビームサイズであることがわかる.

2.3 アンジュレーターチューニングの実際

アンジュレータースキャンについてさらに考察してみ る.周期長 $\lambda u = 3.2$ cm,磁極数140のSPring-8の標準的 なアンジュレーターを考える.図6にアンジュレーター スペクトルおよび分光器のアクセプタンスを模式的に示 した.ギャップ値を固定して分光器を低エネルギー側へ 走査すると強度は a-b のように徐々に減少する.一定の強 度になったところでギャップ値を増やしてアンジュレー ターピークを低エネルギーへシフトさせると強度は b-c に沿って急激に増大する.この過程を繰り返し行うと鋸 の歯上に強度の変動が周期的に起こる.このため入射ビ ーム強度はなめらかではないが一定の範囲内に変動を限 定することができる.アンジュレーターギャップの変更 を自動的に分光器とギャップを設定する制御ソフトを開 発した.



図7 a) Si (111) を用いたときの分光器ブラッグ角に対するアンジュレーターのギャップ値計算値および実測値. b) Si (111) を用いたときの分光器ブラッグ角に対するアンジュレーターのギャップ値計算値と実測値の差. (Calculated (open diamond) and observed (closed diamond) undulator gap values giving a peak intensity as a function of Bragg angle for the first (L-mode) and third (H-mode) higher harmonic radiations. (b) Difference between the calculated and observed gap values.)

図7にSi(111)を用いた分光器のブラッグ角に対して ピークを与えるアンジュレーターギャップ値(上段)お よび実測のピークエネルギーと公表されている計算値と の差を下段に示した.上段の白丸が実測値で実線が多項 式によるフィットである.制御のタイミングおよび方向 と移動量はこの曲線から割り出すことになる.ここでブ ラッグ角 $\theta_B = 4 \sim 7$ 度の高エネルギー領域をH-mode,7 ~21.5度の低エネルギー領域をL-modeと呼びそれぞれ3 次と1次光でカバーすることにした.これらの切り替え はブラッグ角で自動的に判断して行えるため,分光器を 操作するユーザは意識しなくてよい.ただし実際にはミ ラーのカットオフエネルギーを境にしてそれよりも高エ ネルギー領域に対してはミラーを光学系からはずす必要 があるのでH-mode, L-modeの切り替えはミラーの出し 入れにも対応するように選んである.

アンジュレータ制御でキーパラメータは分光器のブラ ッグ角のみである.移動角度とモード切替の角度(7度) の大小関係を判断してギャップの移動量を計算する.こ の時の計算は多項式が使われるがそれらの係数をモード に対応して与える.次にギャップ移動量は移動する境界 値と比べられて,その値より大きければギャップを制御 するが,それ以下であればストアされて次回の分と足し あわせる.この操作によって細かい移動を繰り返し行っ た場合,ストアされた移動量の合計が境界値を越えた時 にのみ移動を行う.ここで境界値を設定するためにはい くつか方法が考えられる.

例えば実際のビーム強度をモニターしていてある強度 を下回ったらギャップ移動を行う方法やピークから離れ た場合の強度変化をプロファイルから予測して,移動を 行う方法である.我々は分光器の走査を特定のエネルギ 一領域で繰り返し行う分光実験においては,その都度,判 定条件の変化する前者よりも常に一定のブラッグ角でギ ャップ制御がはいる後者が有利であると判断して後者を 採用した.ただしプロファイルをギャップ値に対して計 算を行うのは煩雑であるので,ギャップ値とピークの幅 の関係を求め簡単な関数で近似して,エネルギー値で補 間して用いることにした.実際には分光器やギャップ値



図8 a) 蛍光 XAFS 測定装置の模式図.b) 蛍光 XAFS 測定装置の平面図(上) および側面図(下). (Schematic setup of the two goniometers (top column) and the plan view (bottom column). The goniometer is used to orient a single crystal with respect to electrical field vector E.)





図9 蛍光 XAFS 測定装置,装置全景(a) とクライオスタット付近(b). (Photo of the two-goniometer system. A cryostat is mounted on the kai-circle of the first goniometer and the ion chamber is mounted on the 2theta arm of the second goniometer.)

の制御はビームラインのワークステーションにコマンド を送出することによって行うため、これらを制御した後 にステータスの確認作業を行っている.

3. 実験装置

ここでは実験装置について簡単に説明する.XAFS用 ゴニオメーターの模式図と平面図を図8に示す.試料の オリエンテーションをクライオスタットに保ったまま高 精度に制御できるように従来のXAFS装置とは異なり精 密ゴニオメーターにクライオスタットをマウントした. 各軸の名称と自由度を次に示す.

- (1) ω軸: 試料の回転(4軸回折計でいうところのφ)
- (2) 20 軸:透過ビーム用イオンチェンバー(定在波では 反射ビームモニタとなる)
- (3) χ軸: 試料の傾き(偏光に対するふたつの配置(縦 偏光,横偏光)以外も任意の角度に設定可能)
- (4) X軸:架台の水平方向のトランスレーション
- (5) Z軸:架台の垂直方向のトランスレーション

これらはマニュアルでステップモーターコントローラ から制御できる.

図9に実験装置全体(a)およびX軸にマウントされた クライオスタット(b)の写真を示した.(a)は実験ハッ チの下流から向かって右側から装置を眺めた写真で左手 にのびるビームパイプは下流側にビームを供給するため のものである.装置の左手にみえる液体窒素デユワーは 蛍光X線計測のための半導体検出器のものである.(b) は上流側右手から撮影した装置の中心付近で,クライオ スタット(偏光面が試料表面に45度になるような配置を とっている)に入射するビームの強度は左の入射ビームモ ニター(イオンチェンバー)で計測される.計測システム



図 10 蛍光 XAFS 測定装置のデータ収集システムのブロック図 (Block diagram of the electronics for 100-pixel array detector.)

の構成を図10に示す.制御ソフトはC言語により記述さ れており,Linux2.0.30上で動作する.半導体検出器につ いては説明を省くが,ゲルマニウム100ピクセルアレイ 検出器⁵⁾を用いて100チャネルデータの同時計測により 高感度の蛍光 XAFS が可能になる.検出器の開発は終了 し基本的な性能(エネルギー分解能は5.9 keVで212 eV) を満足していることが確かめられたが,今回のアンジュ レータースキャンの評価は透過法によって行われた.⁶⁾

4. 結果

図7bに各モードでの実測のピークエネルギーと公表されている計算値との差を示す.わずかながら実測のピーク値はずれており,計算値に対する多項式フィットでは正確なピークチューニングはできないことがわかる.この図からおおむね±0.2 mmの範囲におさまるが1次光の高エネルギーの限界付近ではずれが大きい.このため実際の制御では実測値を多項式で近似して制御を行うことにした.

アンジュレータースキャンの評価は透過法で行い、標 準試料である銅フォイル,粉末試料としてCu₂O, CuO, Nd₂CuO_{1.85}F_{0.15}を用いCu K-吸収端(9 kev)で,高エネ ルギー領域での評価はPrRu4P12粉末を用いRu K-吸収端 (22.1 keV) で行った.透過法によるX線吸収スペクトル 測定では入射ビーム強度io,透過ビーム強度iをイオンチ ェンバーにより測定しln (io/i)のエネルギー依存性を得 る.今回の評価実験では入射ビームと透過ビームのイオ ンチェンバーには窒素ガス、アルゴンガスを使用した.通 常は分光器の送り方向はエネルギーで高い方向すなわち ブラッグ角で低角方向にとるのが普通である.しかし機 械的な安定性は重力に逆らう高角送りの方が安定である ため, 高角側を順方向として低角方向の場合にバックラ ッシュを除去している.このことはアンジュレーターの ピークチューニングに対しても都合がよい. すなわち分 光器の高角側への送りでは非対称なピークの傾きがゆる やかな方向の変化となり、急激な強度変化をさけること ができる.分光器の主軸送りにはタイムラグがあるが,停 止後のビーム安定性は極めて良好であった.

図11にNd₂CuO_{1.85}F_{0.15}のCu K-XANES領域のスキャン結果を示す.この領域では i_0 のピークは一回だけはいりチューニングにより段差を生じるが、その他は滑らかな変化を示す.この図から明らかなようにXANES領域ではギャップ固定でも測定が充分可能であるのでアンジュレータギャップの制御に要する時間は無視できる.EX-AFS領域においては制御パラメータに依存するが、透過スペクトルにはCuO₂面のXANESの特徴的な構造(1s→4p遷移の鋭い吸収など)がよく現れておりエネルギー分解能の高いデータが得られていることを示す.エネルギー分解能はPhoton FactoryにおけるSi(111)のデータよ



図 11 Nd₂CuO_{1.85}F_{0.15}のCu K-XANES スペクトルおよび入 射ビーム強度. (IO intensity (top) and Cu K-XANES spectrum for Nd₂CuO_{1.85}F_{0.15} as undulator and monochromator are scanned.)



図 12 PrRu₄P₁₂のEXAFS スペクトルおよび入射ビーム強度. (intensity variation (top) as undulator and monochromator are scanned from 22.9 keV down to 22.1 keV (Lee at al., 1999). Normalized Ru K-EXAFS oscillations (bottom) for PrRu₄P₁₂ plotted as a function of photoelectron energy (keV) measured in a transmission mode (Lee at al., 1999).)

り高く、むしろ回折曲線の幅が少ないSi(311)を使用した場合に近い(9 keV付近で1.5 eV程度と見積もられる).ioのピーク強度にはチューニングにより周期的に階段状の強度変化がみられる.階段状の強度変化はギャップ制御の境界値を変更することにより、必要ならスキャ

表1 高輝度光源の利用によって可能となる研究分野

(1)	生体反応の微視的機構解明	金属蛋白質, 金属酵素, 生物模倣材料
(2)	固体表面の微視的機構解明	2次元成長機構,表面界面反応,固体触媒反応
(3)	希薄な系の微視的構造	金属クラスター, 不純物, 溶液, 超薄膜
(4)	高分解能スペクトル	有機金属の電子状態, 金属クラスター, 軽元素金
		属の電子状態
(5)	極端条件下の微視的構造	高圧相,磁気秩序,相転移(温度,圧力)
(6)	超重元素の微視的構造	ヘビーフェルミオン, ランタノイド, アクチノイド
(7)	マイクロアナリシス	結晶粒界, 微小な単結晶, 不均一系 (固体触媒,
		金属クラスター)
(8)	磁気XAFS	磁性体,表面磁性,磁気円二色性
(9)	新しい実験手法	X線ラマン法, 光音響法, 光検出法

ンにかかる時間を犠牲すればさらに滑らかな変化にする ことが容易にできる.

図12に60 K付近に金属非金属転移を示すことで興味 を持たれている PrRu₄P₁₂粉末のRu K-EXAFS およびioを 示す.⁸⁾ チューニングにより io には周期的に階段状の強 度変化が観測されるが強度変化に対応する場所には異常 はみられない. このことはチューニングによる入射ビー ム強度の変動はビームモニターの規格化により完全にキ ャンセルされていることを意味する. 図12の例では、ギ ャプ制御の時間はそれぞれ10秒程度であり、分光器の走 査に要する時間に対してアンジュレータ制御にかかる分 は無視できる.より強度変化を抑えるため細かい制御を 行う場合は、時間がかかるのでユーザは時間的な余裕と 強度変動を考慮して最適の制御を行うことが望ましい. ここで開発したシステムではそのパラメータはユーザに 任されていることが特徴である.これらのデータは1点 あたり2秒の積算でエネルギーを変えるのに2.5秒、全 体の測定は37分程度で得ることができる.

アンジュレーターを光源とした XAFS の本領が発揮されるのは輝度が重要な場合であるが,典型的な応用分野 は表面敏感 XAFS のようにビーム幅が制限される分野で ある.実際に微少角入射条件では試料の寸法によって有 効に利用できる幅は,全反射条件では50ミクロン程度で あるから,収束しなければ数10分の1のしか利用できない.他にも微結晶,極端条件下での実験や粒界などを対 象とする場合,高輝度ビームの必要性が高い.一方,試 料の面積が充分とれる場合にはフラックスに依存するこ とになりメリットはそれほど顕著ではない.

5. 高輝度 XAFS の応用が期待される分野

硬X線領域で「チューナブル」アンジュレーターが実 現すれば、現実的な濃度(100マイクロM以下)の生体 物質、例えばヘム蛋白や、光合成酵素などの希薄な系の 測定が現実的な濃度すなわち生体内に近い状態で可能と なる.生理機能の研究においては、環境に即した微視的 構造の変化を調べることが極めて重要である.高輝度放 射光と各種時間分解測定手法の組み合わせによって、生 理現象の本質である生物化学反応の動的過程の研究が実 現できよう.生体物質の動的構造解析は高輝度光源の利用研究の中でも最も期待される分野のひとつである.

XAFSの物質科学への応用は、固体触媒、溶液、合金、 半導体混晶、アモルファス物質、超イオン伝導体、超伝 導酸化物,準結晶,金属クラスターなど極めて多彩であ る.これらの系では最近特に、(1) 微量成分や微小な単結 晶あるいは薄膜の研究や(2)相転移や反応の時間的変化 を問題とすることが多い.(1)の例としては超伝導酸化 物薄膜、半導体混晶薄膜、金属微粒子などがある、エネ ルギー分散 XAFS 法を用いた時間分解測定は生体や化学 反応の動的過程の研究に重要である.また通常の測定法 においても,分光器走査に同期した連続データ収集法に よって高速測定が可能である. 円2色性を利用した磁性 体の研究もすでに各国の放射光施設で活発に行われ、フ ェルミ面のd電子状態についての知見が集積されつつあ る.また,光パルスや温度,圧力ジャンプに対する変化 を観察する要求も高い.生体物質と同様に、希薄成分、 薄膜、微量を対象とした測定には蛍光検出法が効果的で ある.分子線エピタキシーやCVD法による結晶成長機 構の研究では,成長条件に即した「その場|構造解析が 必要である.成長条件と微視的構造の関連が明らかにな れば、成長条件の最適化が可能になり、材料設計や新物 質創成に与えるインパクトは極めて大きい.

表面の研究はこれまでオージェ電子,二次電子など電 子収量法による軟X線領域(<4 keV)に吸収端を持つ 軽元素(S, Cl, Oなど)の吸着状態の研究が活発に行わ れてきたが,微少角入射と蛍光検出法の組み合わせによ る表面敏感XAFSが可能となった.サブモノレイヤー領 域の表面研究にはアンジュレーターの利用が本質的であ る.このほか,軽元素についてのX線ラマン散乱法,光音 響法,光検出法などの実験法にとって,高輝度ビームの 利用が必要である.高輝度光源の利用によって可能とな る研究分野を表1にまとめた.

6. まとめ

今回のアンジュレータースキャンによる XAFS 測定の 結果は以下のとおりである.

(1) SPring-8 アンジュレーターのギャップを制御して

XAFS スペクトルを透過モードで測定し, Si (111)分 光結晶を用いて高エネルギー分解能のX線吸収スペ クトルを測定できることを確認した.これまでの放 射光ではSi (311)分光結晶で可能であったエネルギ ー分解能をSi (111)で実現することができた.

(2) 2結晶分光器およびアンジュレーターの制御に成功 し、ピークを適時チューニングしながら通常の放射 光と同等の感覚で高輝度ビームによるX線吸収スペ クトル測定が可能となった。

今回の実験でアンジュレーターのピークを分光器の走 査に対応してシフトさせることにより,最大輝度の約 80%以内に保つことができた.そのような条件において は入射ビーム強度を正確にモニターして規格化すれば通 常の放射光と感覚的には大差ない実験が可能である.

一方,入射ビーム強度をさらに変化を小さくすること もギャップ制御のパラメーターをその場で容易に変更で きる.0 アンジュレーター制御の手法が確立したことで, アンジュレータースキャン XAFS は今後,蛍光計測シス テムの整備を経て応用研究フェーズにはいる.

今後の予定としてはゲルマニウム100ピクセルアレイ 検出器を設置して蛍光検出モードでのアンジュレーター スキャンによる XAFS 測定がある.計測システムの要で あるデジタル信号処理システムの整備も終わり,各ピク セルからのデータを同時に計測するためのソフトウエア の完成をまって総合評価を行う.アンジュレータースキ ャン蛍光 XAFS は感度,時間分解能,試料上の空間分解 能,エネルギー分解能において質的な変革をもたらすで あろう.これによってこれまで手の届かなかった新しい 研究領域や測定技術が開拓されるものと期待される.

文 献

- 大柳宏之: X-Ray Absorption Fine Structure, Application of Synchrotron Radiation to Material Analysis ed. by H. Saisho and Y. Goshi, 1996 Elsevier Scioence B.V.
- 2) 大柳宏之:挿入光源と第三世代XAFS 高輝度光源による新しい展開-電子技術総合研究所彙報 第8号(1997)別冊, pp.385-394.
- 3) 北村英男: SPring-8 光源パラメーター (1994) より抜粋.
- Y. Kashihara, H. Yamazaki, K. Tamasaku and T. Ishikawa: Position of exit X-rays from rotated-inclined double-crystal monochromators, J. of Synchrotron Radiation 5, 679-684 (1998).
- 5) H. Oyanagi, M. Ishii, C. H. Lee, N. L. Saini, Y. Kuwahara, A. Saito, Y. Izumi and H. Hashimoto: Rapid & Sensitive XAFS Using Tunable X-Ray Undulator, *J. of Synchrotron Radiation* (1999) in press.
- 6) 李哲虎, 大柳宏之, 関根ちひろ, 城谷一民: PrRu4P12のXAFS, 日本物理学会 1998 年秋.
- て) 電総研ニュース(第589号)ゲルマニウム100ピクセルアレイ 検出器の開発に成功.
- 8) 谷田肇,石井真史:日本放射光学会2000年9-Y-04.

プロフィール



大柳宏之 Hiroyuki OYANAGI 通商産業省工業技術院電子技術総合研究所 電子基礎部総括主任研究官 Electrotechnical Laboratory 〒 305-8568 つくば市梅園 1-1-4 1-1-4 Umezono, Tsukuba 305-8568, Japan Tel. 0298-54-5394, Fax. 0298-54-5085 e-mail: oyanagi@etl.go.jp 最終学歴:東京大学理学部大学院理学系研究科博 士課程 専門分野:放射光, X線分光,固体物性 最近の研究テーマ:超伝導体の高温領域での格子 異常, 非平衡系における光励起による動的な欠陥 生成など,励起原子の動的挙動に関する研究



石井真史 Masasi ISHII 高輝度光科学研究センター Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI) 〒 679-5198 兵庫県佐用郡三日月町光都1-1-1 1-1-1 Kouto Mikazuki-cho Sayo-gun Hyogo 679-5198, Japan Tel. 0791-58-0918 (内線 3856), Fax. 0791-58-2752

e-mail: ishiim@sp8sun.spring8.or.jp 最終学歷:大阪大学大学院基礎工学研究科博士課 程

専門分野:放射光, 半導体, X 線分光 最近の研究テーマ:新しいX 線分光手法の開発



李 哲虎 Chul-Ho LEE
 電子技術総合研究所
 Electrotechnical Laboratory
 〒 305-8568 つくば市梅園 1-1-4
 1-1-4 Umezono, Tsukuba 305-8568, Japan
 Tel. 0298-61-3328, Fax. 0298-61-5085
 e-mail: chlee@etl.go.jp
 最終学歴:東北大学大学院理学系研究科博士課程
 専門分野:中性子散乱
 最近の研究テーマ:高温超伝導



ノーラン・サイニ Naurang L. SAINI ローマ大学物理学教室 Universita di Roma "La Sapienza", Dipartimento di Fisica イタリア,ローマ00185 00185 Roma, Italy Tel. +39 6-49914612, Fax. +39 6-4957697 e-mail: saini@axcasp.caspur.it

専門分野:X線吸収スペクトル 最近の研究テーマ:ストライプ,高温超伝導



桑原裕司 Yuji KUWAHARA
大阪大学基礎工学部精密科学
Osaka University
〒 565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1
2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, Japan
Tel. 06-6879-7298, Fax. 06-6879-7298
e-mail: kuwahara@prec.eng.osaka-u.ac.jp
最終学歴:京都大学理学部理学系研究科博士課程
専門分野:放射光X線回折,X線吸収スペクトル
最近の研究テーマ:表面構造解析



斉藤 彰 Akira SAITO
大阪大学基礎工学部精密科学
Osaka University
〒 565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1
2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, Japan
Tel. 06-6879-7299, Fax. 06-6879-7298
e-mail: saito@prec.eng.osaka-u.ac.jp
最終学歴:東京大学工学部工学系研究科博士課程
専門分野:放射光X線回折,X線定在波
最近の研究テーマ:表面構造解析



橋本秀樹 Hideki HASHIMOTO 東レリサーチセンター無機分析室 TORAY Research Center 〒520-0842 滋賀県大津園山 3-3-7 3-3-7 Sonoyama, Otsu-shi 520-0842, Japan Tel. 0775-33-8617, Fax. 0775-37-2208 e-mail: Hideki_Hashimoto@trc.toray.co.jp 最終学歴:名古屋大学,修士課程 専門分野:放射光X線回折,X線吸収スペクトル 最近の研究テーマ:無機材料の分析・評価

泉 康雄 Yasuo IZUMI
東京工業大学総理工化学環境工学
Tokyo Institute of Technology
〒 226-8502 神奈川県横浜市緑区長津田町 4259
4259 Nagatsuta, Midori-ku, Yokohama 226-8502,
Japan
Tel. 045-924-5569, Fax. 045-924-5441
e-mail: yizumi@chemenv.titech.ac.jp
最終学歴:東京大学理学系研究科博士課程

取於字歴, 東京入学理学示研究件博工課程 専門分野:X線吸収スペクトル 最近の研究テーマ:触媒およびモデル化合物の研 究