

BL14B2
産業利用 II

1. 概要

BL14B2は産業分野のXAFS測定を対象とした偏向電磁石を光源としたビームラインであり、簡便で高能率なXAFS測定を目指して研究支援及び機器開発を行っている。その一環としてユーザーがSPring-8に来所しなくても実験を行うことが可能となる遠隔XAFS測定環境の整備を進めている。2013年度は、主に透過配置quick-XAFS (QXAFS) 測定の遠隔化を行った。また、低温雰囲気下におけるXAFS測定の高効率化と利便性の向上を目的として、測定温度の制御が可能であり最大15個の試料の測定を自動化するプログラムを開発した。これらの詳細を以下に示す。

2. 遠隔 XAFS 測定環境

BL14B2では、制御・情報部門との協力体制のもと、インターネット経由でXAFS測定を実施できる「遠隔XAFS」測定環境（以下、本システム）の開発を進めており、2015A第2期からのユーザー提供開始を目標としている。フェーズ1として透過配置QXAFSの提供を行い、フェーズ2以降、45°入射蛍光配置、斜入射蛍光配置と順次機能を拡張する予定である。

BL14B2ではこれまで、自動光学調整機構「Auto-Optics」、自動連続測定機構「Auto-XAFS」（2009年度SPRING-8年報参照）を提供してきた。本システムは、これら自動化機構をMADOKA II（*1）経由でインターネットに接続することで実現される。

ユーザーから郵送された実験試料は、ビームタイム開始時に、BLスタッフによって試料搬送ロボット(図1)上に設置される。ユーザーは手持ちのウェブブラウザ(*2)を用いてBL14B2にログインする。Auto-Opticsをはじめとする調整/測定プログラム群はすべてウェブアプリケーションとなっているため(図2)、ユーザーは別途ソフトウェアをダウンロードする必要はない。全共同実験者には予めログイン用認証ファイルが配布され、同時接続が可能である。接続中の共同実験者の内、同時に1人だけが操作権限を持ち、この間、他の接続者は進行状況をリアルタイムに共有できる。操作権限は随時、他の接続者に移譲が可能である。測定データは実験データリポジトリサーバに保存され、ウェブブラウザ経由で(ビームタイム中でなくとも)随時ダウンロードが可能である(図3)。2013年度は、透過配置QXAFS測定の遠隔化を行った。2014年度はAuto-Optics及びAuto-XAFSの遠隔化を完了する予定である。

本システムの開発に先立ち、MADOCA II上で実験ハッ

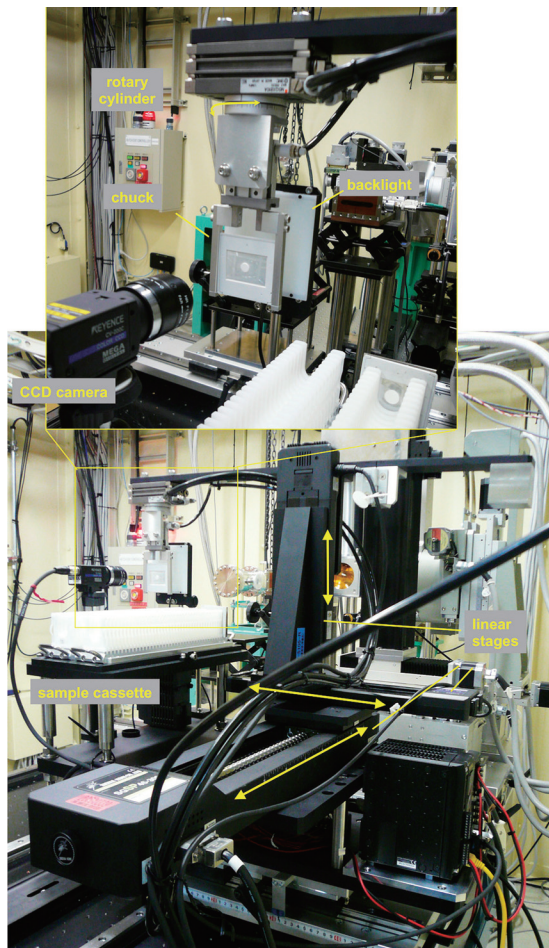


図1 Auto-XAFSの一部である試料搬送ロボット (Sample Catcher)



図2 OXAFS ウェブクライアント

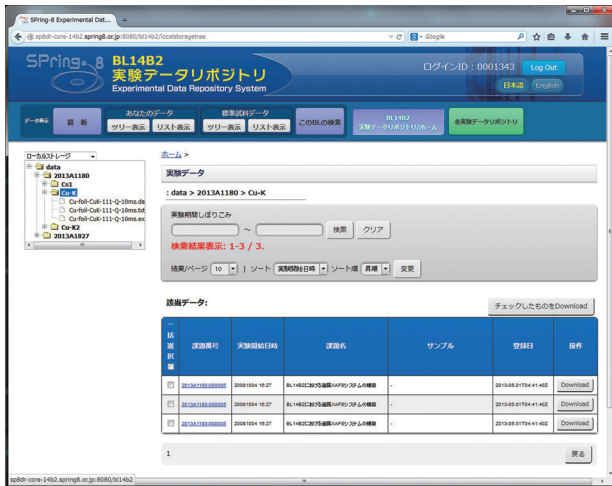


図3 実験データリポジトリのダウンロード画面

チ系機器の制御を簡便に実現するための「開発フレームワーク」そのものの開発を行った。このフレームワークを用いれば、遠隔制御だけでなく、ユーザー持ち込み機器とBL制御系との同期測定を容易に実現することができる。BL14B2では、今後このフレームワークを活用し、ユーザーの希望に即したオーダーメイド実験、より自由度の高いin-situ実験の実施体制を整えていく方針である。

- (*1) MADOCA II … SPring-8の加速器から光学ハッチ機器までを制御するフレームワーク。2013年秋より大幅改定が行われ、外部ネット接続に対応した。
- (*2) HTML5対応ブラウザが必要。

3. 低温 XAFS 測定自動化システム

2011年度に従来よりも冷却性能の高い低温冷凍機を導入し、試料ホルダに一度に取付けられる試料数を増やすことができるようになったことにより、試料交換に伴う測定時間のロスを減らせるようになった。しかしながら、試料ホルダに取付けられる試料数が増すと試料毎の位置及び測定温度の調整が煩雑となり、XAFS測定初心者の多い産業利用分野のユーザーにとっては扱いづらいものとなる。そこで2013年度は、低温 XAFS 測定時における測定温度の制御が可能であり複数試料（最大15個）の測定を自動化するプログラムを開発した。

図4にプログラムのフロントパネルを示す。このプログラムでは測定温度、試料名、ファイル名、測定範囲等のパラメータを事前に設定し、自動で透過配置QXAFS測定を行うことができる。これにより、試料交換や測定温度の切り替えが自動化され、実験効率及び利便性が向上した。図5にこの自動化システムを使用し、測定温度を10 Kから300 Kまで変化させて測定したCu箔及びCo箔の動径構造関数を示す。いずれの試料に対しても測定温度を下げるにつれてDebye-Waller因子の減衰によるピークの増大が観測された。ratio法により得られた原子間距離、Debye-

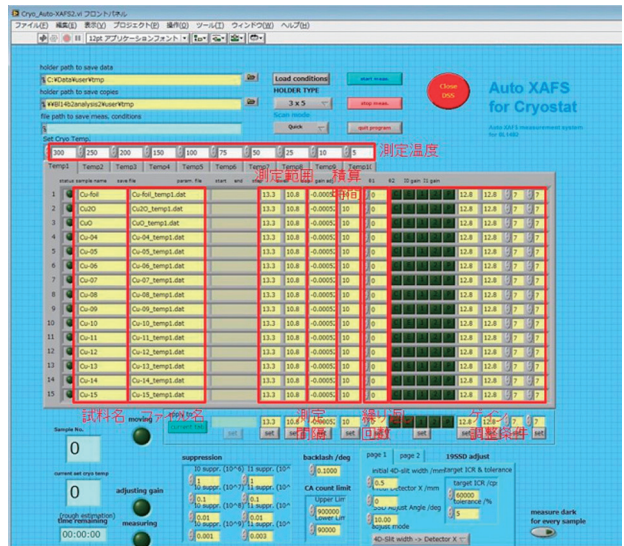


図4 低温 XAFS 測定自動化プログラム

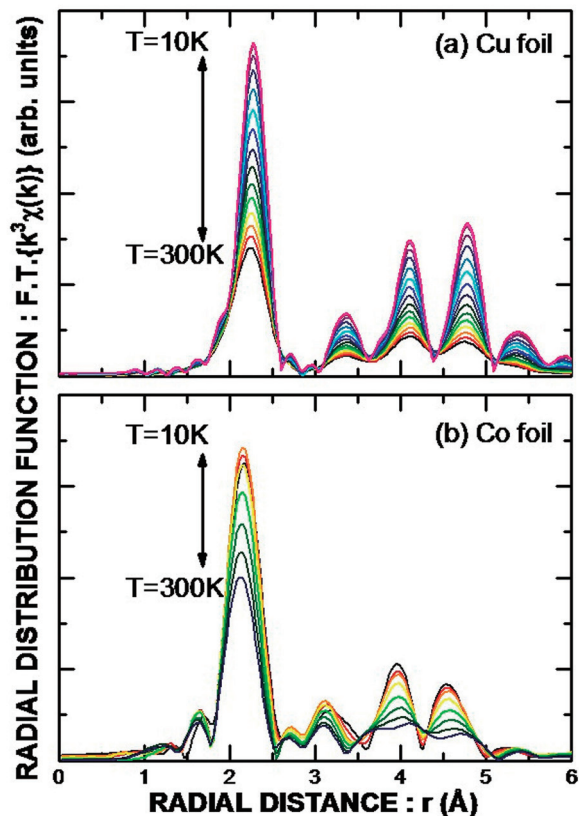


図5 (a)Cu箔及び(b)Co箔を10 Kから300 Kまで変化させて測定した動径構造関数

Waller因子、キュムラント係数の温度依存性は過去に報告されている文献値とよい一致を示した。同じ光学系の条件ならば、異なる吸収端を対象とした測定範囲でも測定温度及び試料を自動的に切り替えて測定を行うことができる。

産業利用推進室

産業利用支援グループ

高垣 昌史、大淵 博宣、本間 徹生