

He パスを用いた大気圧下軟X線吸収分光装置の開発

Development of soft X-ray absorption spectrometer at atmospheric pressure using He-path

兵庫県大高度研¹, 山口大院創成科学², Lund 大³ ○新部 正人¹, 堀川 裕加², 徳島 高^{1,3}

Univ. of Hyogo¹, Yamaguchi Univ.², Lund Univ.³ ○Masahito Niibe¹, Yuka Horikawa², Takashi Tokushima^{1,3}

E-mail: niibe@lasti.u-hyogo.ac.jp

【はじめに】 軟X線の吸収分光法は有機物分子など軽元素で構成される材料の伝導帯（非占有状態）の電子構造を調べるのに有効な手段である。しかし通常は、軟X線の大気による吸収を避けるために、試料は高真空中で測定される。このため揮発性の高い有機物、オイル、水溶液、イオン液体などの軟X線吸収分光は、試料を特別なセル内に納めることで行われてきた。しかしながら、近年オペランド計測の有効性が認知され、蒸気圧の高い試料についても、自由表面のまま電圧等を印加して分光特性の変化を測定したいなどの要求が高まっている。我々は、膜厚の薄い自立膜を圧力隔壁として、容器内に He ガスを導入することにより、大気圧下で軟X線分光ができる装置を新規に開発し、ニュースバル放射光施設のビームラインにて実験した。

【He パス装置の開発】 この装置は、アルミダイキャスト製の密閉容器に、軟X線導入パイプ、He 入・出パイプを通し、内部に試料ホルダーと軟X線検出用フォトダイオードなどを固定したものである。軟X線導入パイプの端面には、窓サイズ 0.5×0.5 mm、厚さ 100 nm の SiN メンブレン窓を接着して、放射光ビームラインの高真空側との圧力隔壁とした。He 流路の出口側には酸素濃度計を付けて、密閉容器内が He に置換されたことを確認した。軟X線吸収量の検出は、フォトダイオードを用いた全蛍光収量 (TFY) 法とドレイン電流計測を用いた全電子収量 (TEY) 法が可能である。この装置は放射光施設のビームラインに取り付けて実験するため、圧力隔壁の破損事故があった場合、ビームライン上流の真空度への影響を防止する必要がある。このため、電離真空計と圧空式ゲートバルブから成るインターロック装置も開発し、動作を確認した。

【He パス装置を用いた測定】 Fig. 1 に本装置を用いて測定した安息香酸 (benzoic acid) 粉末試料の O-K 端における軟X線吸収スペクトルを示す。安息香酸は 25°C で 0.1 Pa 程度の蒸気圧があり、高真空の分析チェンバーに入れることはできない。しかし、本装置を用いることにより、軟X線の吸収分光が可能となった。

バルク敏感な TFY 法では、533 eV 付近の $1s \rightarrow \pi^*$ に帰属されるピークが 2 本に分離しており、カルボキシル基の特性を示している。一方表面敏感な TEY 法では、2 本目のピークがはっきりとせず、表面付近の分子の電子状態が、バルク中の分子の状態とは異なるために、このような差が出たものと考えている。

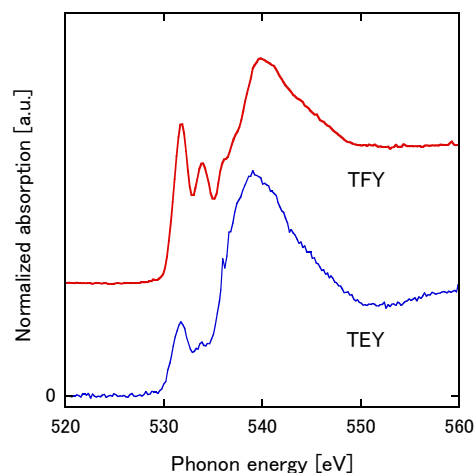


Fig. 1 O K-edge soft X-ray absorption spectra of benzoic acid powder.