

# SPRUC X線スペクトロスコープ利用研究会

2023年1月12日

## プログラム

16:30~16:35

### 趣旨説明

研究会代表 熊本大学 大山順也

16:35~16:45

### BL01B1/BL14B2の運用体制変更・利用状況

JASRI 本間徹生

16:45~17:35

### 汎用XAFSビームラインの現状と再編WGでの議論の紹介

JASRI 片山真祥

17:35~18:00

### 汎用XAFSビームラインの再編についてディスカッション

司会 近畿大学 朝倉博行

1

# SPRUC X線スペクトロスコープ利用研究会

## 開催趣旨

供用開始から25年が経過し、SPring-8ではビームラインの再編が進行・計画されている。分光関係ではHAXPESビームラインが先行し、X線分光関係のBLも続いて再編が進行する予定である。

偏向電磁石を光源とするXAFS BLの再編の実施時期はまだ未定ではあるが、光源計画の進行から遅滞なく進められるように2022年度にはJASRI内部でWGが立ち上げられた。本研究会は、SPring-8の汎用XAFSビームラインの将来計画について議論し、まとめた会員からの要望をSPring-8に提言することを目的に開催する。

2

# SPRUC X線スペクトロスコーピー利用研究会

2023年1月12日

## プログラム

16:30~16:35

趣旨説明

研究会代表 熊本大学 大山順也

16:35~16:45

BL01B1/BL14B2の運用体制変更・利用状況

JASRI 本間徹生

16:45~17:35

汎用XAFSビームラインの現状と再編WGでの議論の紹介

JASRI 片山真祥

17:35~18:00

汎用XAFSビームラインの再編についてディスカッション

司会 近畿大学 朝倉博行

3

# SPRUC X線スペクトロスコーピー利用研究会

2023年1月12日

## BL01B1/BL14B2の 運用体制変更・利用状況

1. 2022年度の変更内容
2. 課題申請状況

## BL01B1／BL14B2の運用体制

### 2022年度の変更点

#### (1) 募集回数

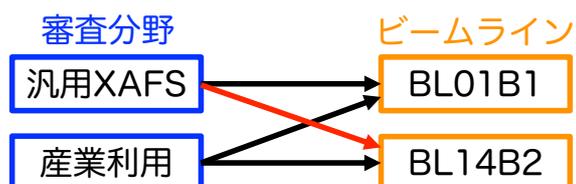
2022B期からBL01B1でもBL14B2と同様の年6回募集を開始しました。

#### (2) 希望審査分野

BL14B2も希望審査分野「汎用XAFS・汎用MCD (SP1)」で選択可能になりました。BL01B1／BL14B2のどちらのビームラインについても、「SP1」と「産業利用」両方の分野から希望することが可能です。

#### (3) ビームライン名称

BL01B1 : XAFS I  
BL14B2 : XAFS II



赤矢印：  
追加された申請の組み  
合わせ

#### ポイント

実験的な制約がない場合は、第一・第二希望に  
両ビームラインを併記することで採択の可能性  
がアップします。

5

## 産業利用分科会審査：

### より実際の産業応用に近い観点からの審査を強化

課題審査において重視されるポイントの見直し

下記のホームページでご確認ください

SPring-8 User Information

「希望審査分野を産業利用とする  
一般課題・大学院生提案型課題について」

<https://user.spring8.or.jp/?p=40928>

例：学術ユーザー申請における産業界の共同実験者の位置付け、等

注：産業利用分科会審査の利用課題の申請条件の変更  
SPring-8/SACLA利用研究成果集への投稿—1課題ごとに1報  
→ 2023A期の課題から撤廃します  
(関連する複数課題をまとめて1報でOK)

6

# 成果専有時期指定課題（時間単位利用）の設定

2022A期～

## 目的／多様な利用目的への対応に拡大

- ・ 実験計画策定のための予備実験
- ・ 実験後の追加データ取得
- ・ 他

利用申請： 随時受付

マシンタイム： 1時間単位利用、**4時間上限**

利用料： 90,000円/1時間＋消耗品実費1,340円/1時間

**実施ビームライン：産業利用BL以外の計22BLに拡大**

実施可能なビームライン・装置 — 下記URLを参照

<https://user.spring8.or.jp/?p=34150>

7

## 2022B期の申請状況

課題種・第1希望BLごとの申請件数（括弧内は希望シフト数）

	成果専有		
	01B1	14B2	計
2022BI	1(3)	0	1(3)
2022BII	1(2)	2(4)	3(6)
2022BIII	1(3)	6(9)	7(12)
2023AI	1(6)	1(2)	2(8)

	成果公開優先		
	01B1	14B2	計
2022BI	5(24)	1(3)	6(27)
2022BII	1(6)	2(8)	3(14)
2022BIII	1(6)	1(3)	2(9)
2023AI	2(9)	1(6)	3(15)

	一般		
	01B1	14B2	計
2022BI	31(190)	10(65)	41(255)
2022BII	19(128)	10(59)	29(187)
2022BIII	15(86)	16(78)	31(164)
2023AI	13(95)	8(53)	21(148)

	大学院生（長期を含む）		
	01B1	14B2	計
2022BI	4(24)	4(30)	8(54)
2022BII	0	3(14)	3(14)
2022BIII	0	4(18)	4(18)
2023AI	4(27)	4(24)	8(51)

8

## 2022B期の申請状況

### 一般・大学院生課題の採択率 採択件数／申請件数（採択率）

(注) 第2希望BLで採択されたケースも含む。

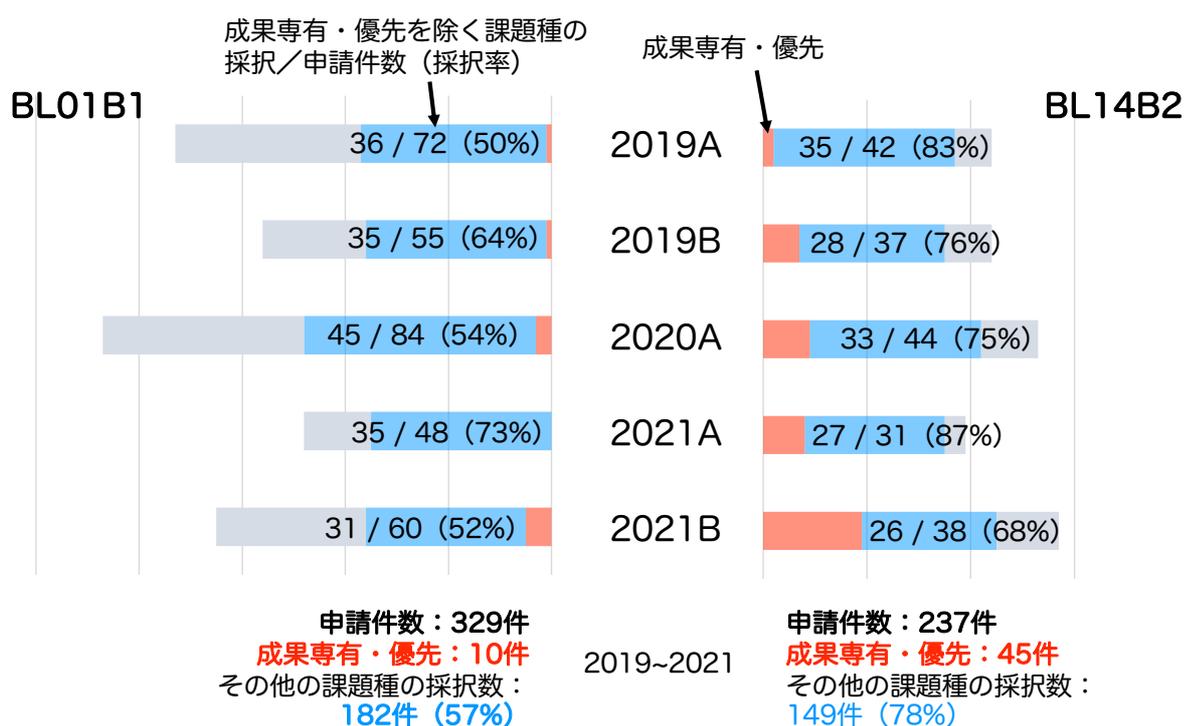
	一般		
	01B1	14B2	計
2022BI	15/31 (48%)	6/10 (60%)	21/41 (51%)
2022BII	11/19 (58%)	6/10 (60%)	17/29 (59%)
2022BIII	9/15 (60%)	7/16 (44%)	16/31 (52%)

	大学院生（長期を含む）		
	01B1	14B2	計
2022BI	3/4 (75%)	3/4 (75%)	6/8 (75%)
2022BII	- / 0	1/3 (33%)	1/3 (33%)
2022BIII	- / 0	2/4 (50%)	2/4 (50%)

9

## 2019A~2021B期 申請課題統計

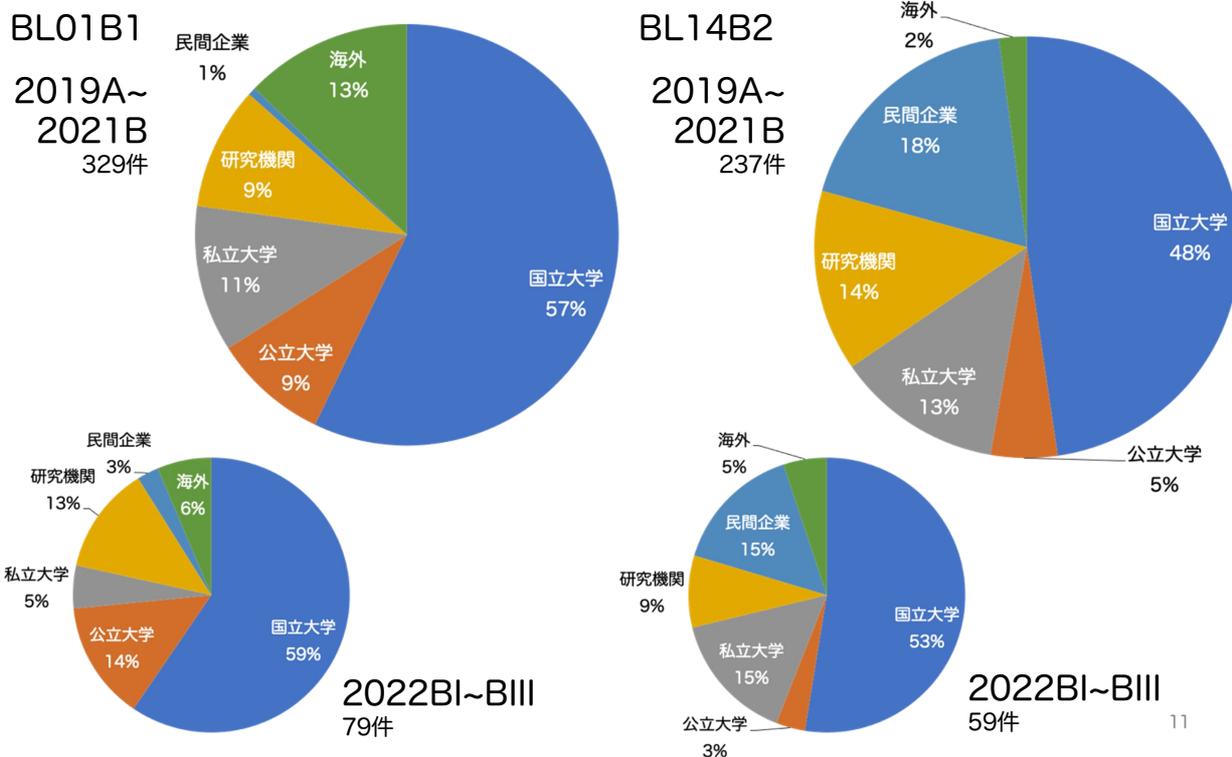
### 【採択件数／率】



10

## 2019A~2021B期 申請課題統計

### 【申請者の所属機関】



## 運用体制変更のメリットと課題

### メリット

\* 1年を通して研究の進捗・スケジュールに応じたタイミングで申請が可能に

\* どちらのビームラインでも実験可能な場合は、第2希望BLを記入することで採択の可能性がアップ

※ただし、継続している研究については同じビームラインでの実験が望ましい

### 課題

\* 年6回募集では採択からビームタイムまでの期間が短いため、海外ユーザーのビザ取得や持込ガスボンベの手配などに余裕がない

# SPRUC X線スペクトロスコーピー利用研究会

2023年1月12日

## プログラム

16:30~16:35

趣旨説明

研究会代表 熊本大学 大山順也

16:35~16:45

BL01B1/BL14B2の運用体制変更・利用状況

JASRI 本間徹生

16:45~17:35

汎用XAFSビームラインの現状と再編WGでの議論の紹介

JASRI 片山真祥

17:35~18:00

汎用XAFSビームラインの再編についてディスカッション

司会 近畿大学 朝倉博行

13

# SPRUC X線スペクトロスコーピー利用研究会

2023年1月12日

## 汎用XAFSビームラインの現状と 再編WGでの議論の紹介

1. BL01B1 & BL14B2の現状
2. 利用ニーズ調査結果
3. 再編WGでの議論

## SPring-8 BL01B1 & BL14B2の現状

### BL01B1 XAFS I

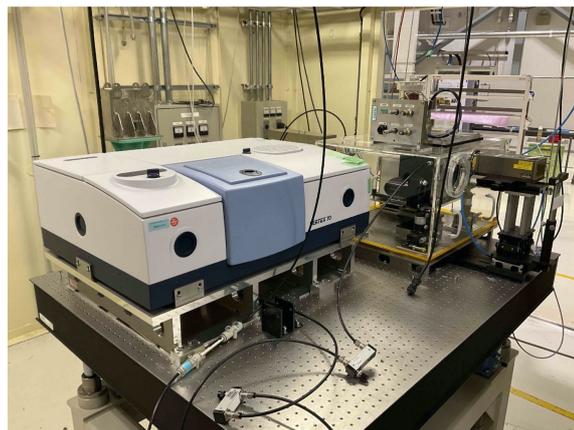
分光器をはじめとする主要なコンポーネントは1997年の供用開始から使われており約25年が経過。傾斜架台/XAFS定盤/19素子SSDなどは老朽化が激しい。

最近の高度化・導入設備：

XAFS-DRIFTS同時計測システム



BL01B1実験ハッチ外観



XAFS-DRIFTS同時測定装置

15

## SPring-8 BL01B1 & BL14B2の現状

### BL01B1

最近の高度化・導入設備：

ガス供給排気システム・ガス分析装置



増設したセンサーと更新したインターロックシステム



10系統 (可燃×4+支燃×4+N<sub>2</sub>+He)  
に増強したガスライン



ガス分析装置 (QMS+GC)

16

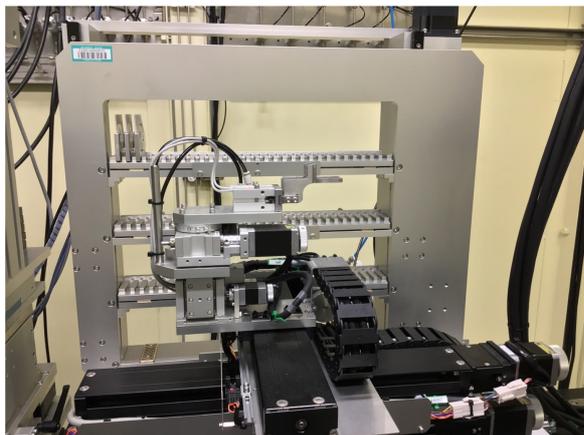
## SPring-8 BL01B1 & BL14B2の現状

### BL14B2 XAFS II

2007年に産業界のXAFSユーザー向けに供用開始してから約15年が経過。  
蛍光X線検出器やガス設備に加えて、自動計測システムが運用されている。

最近の高度化・導入設備：

試料自動交換システム (Humming Bird)



Humming Bird



試料ホルダ

最大120個の試料を  
それぞれ異なる  
測定条件で連続的に  
測定が可能  
透過法・蛍光法での  
測定に対応



カードリッジ(試料ホルダー30個×4列)

17

## SPring-8 BL01B1 & BL14B2の現状

### BL14B2

最近の高度化・導入設備：

自動ペレット作製ロボット

試料の入った容器へのBNの分注、試料との混合、ペレット成型の自動化  
→試料60個のペレット成型が5時間程度で可能  
成型後はそのままHumming Birdでの測定が可能



BNの分注



試料とBNの混合



ペレット成型



カートリッジへのセット

## 現状の汎用XAFSビームラインにおける課題

### 【1. 二結晶分光器】

結晶・冷却配管・駆動部品の劣化が進んでいる。  
挿引可能な速度が0.1deg/s以下であり、高速スキャンに対応できない。

### 【2. 集光光学系】

BL01B1・BL14B2は共に縦集光のみの光学系であり、偏向電磁石光源からの幅の広い光を有効に活用できていない。

### 【3. 蛍光XAFS用検出器】

19素子Ge半導体検出器の素子・プリアンプの老朽化が進んでいる。BL01B1ではORTEC社製SSDを25年を超えて使用しており、有効に使える素子が15まで減少している。特に照射の多い中央部分で劣化が進んでいるため、実効的な蛍光収量をかなり落としている。

### 【4. 白色DXAFS】

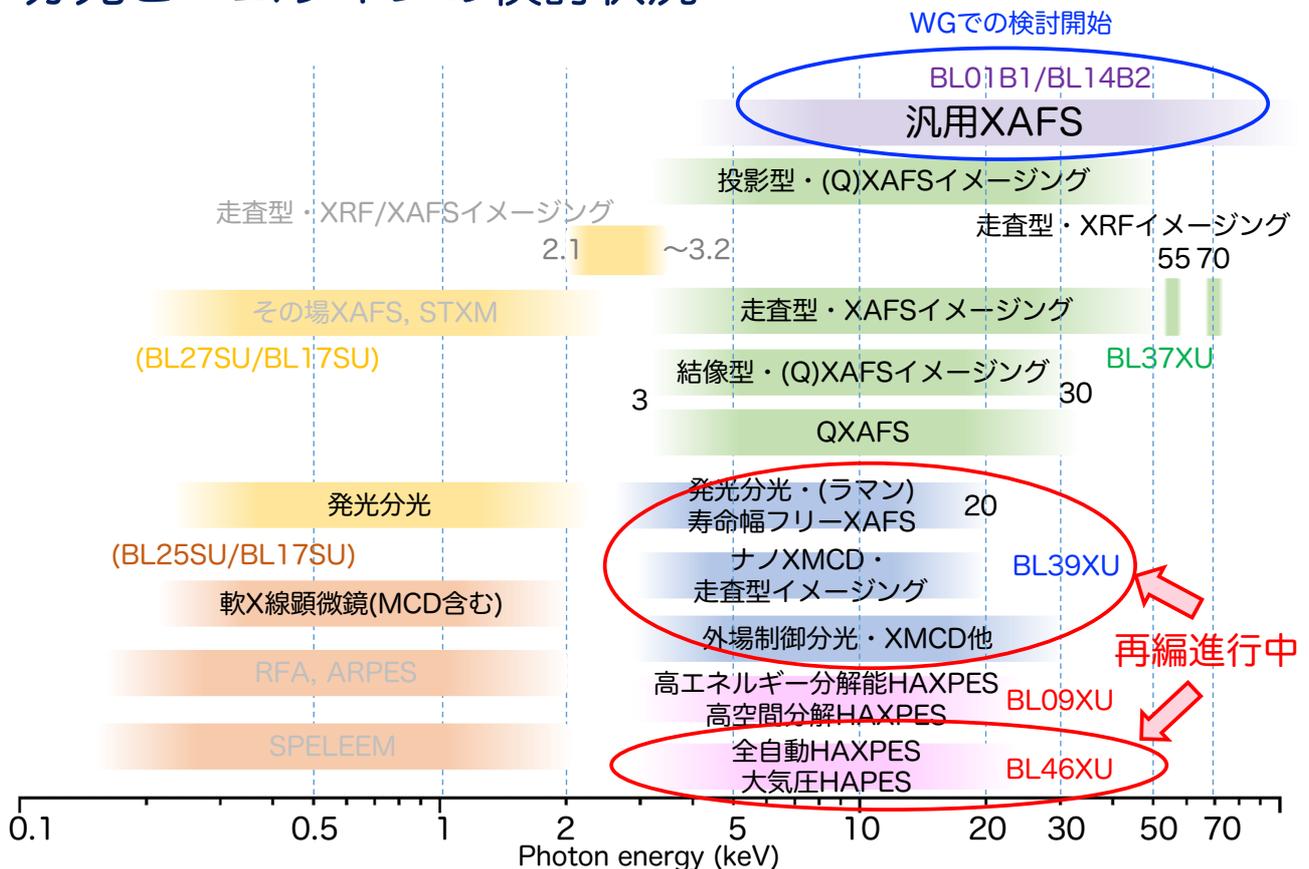
28B2からの撤退により、現在共用BLでは波長分散型XAFS実験ができない。

### 【5. 試料周り】

In-situ環境・自動測定など開発を進めているが、様々な装置を追加で導入しているためスマートな切り替えができていない。

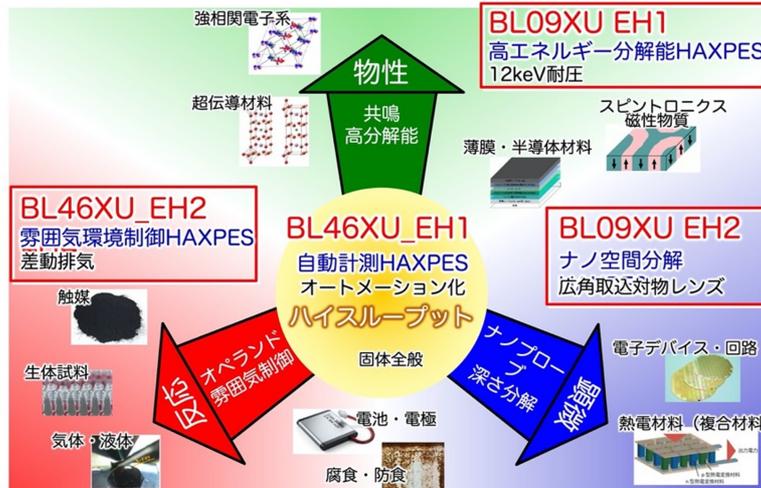
19

## 分光ビームラインの検討状況



# HAXPESビームラインの再編

BL09XUとBL46XUを、それぞれHAXPES I, IIとして再編  
異なる特徴を持つ4つの実験ステーションを整備



## 再編の状況

- ・ BL09XU : 2021年秋にアップグレード作業完了  
2021B期よりユーザー利用開始
- ・ BL46XU : 2022年12月の運転終了後に閉鎖し、再編作業を開始  
2022B-3期から2023A-2期まで、課題募集を停止  
2023A-3期より(試験的)利用再開の見込み

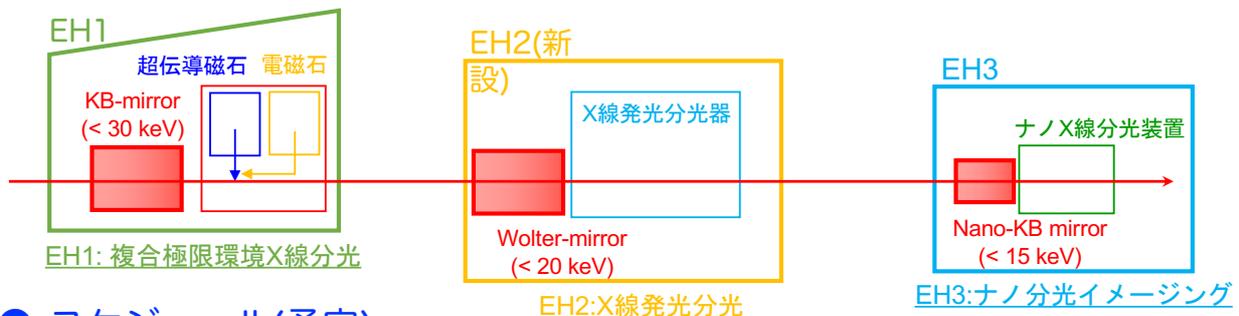
## BL39XU再編計画

### ● エンドステーションの再編

- EH2 : 発光分光器専用ハッチを新設
- EH1 : 磁性関係を含めた複合実験ハッチとして再整備

### ● 光学系の高度化

- 高次光除去ミラー更新 → 下流ハッチでの低エネルギーX線利用対応
- 各実験ハッチ(EH1 & EH2)に、専用の集光ミラーを常設



### ● スケジュール(予定)

- 2023年7月(夏の学校前)に閉鎖し、再編作業を開始予定
- 2023A期は、4~6月の期間を対象に課題を募集
- 2023B期は閉鎖し、2024A期後半(7月頃?)から利用再開を計画

## 汎用XAFS再編WG

### 【メンバー】

片山・加藤・伊奈・河村・為則（JASRI 分光推進室）  
本間・大淵・佐藤（JASRI 産業利用・産学連携推進室）

### 【活動状況】

\*2022年5月から5回のWGを開催。過去のBL01B1・BL14B2への課題申請データによる利用ニーズの分析、偏向電磁石光源XAFS BLの将来計画を検討。

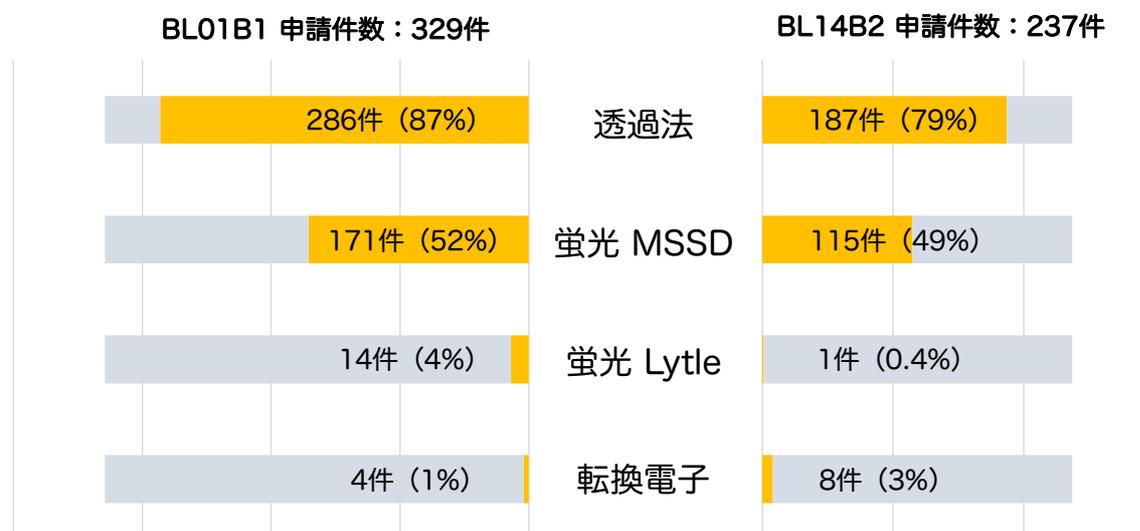


本日の研究会からユーザーの皆様との議論を開始

23

## 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

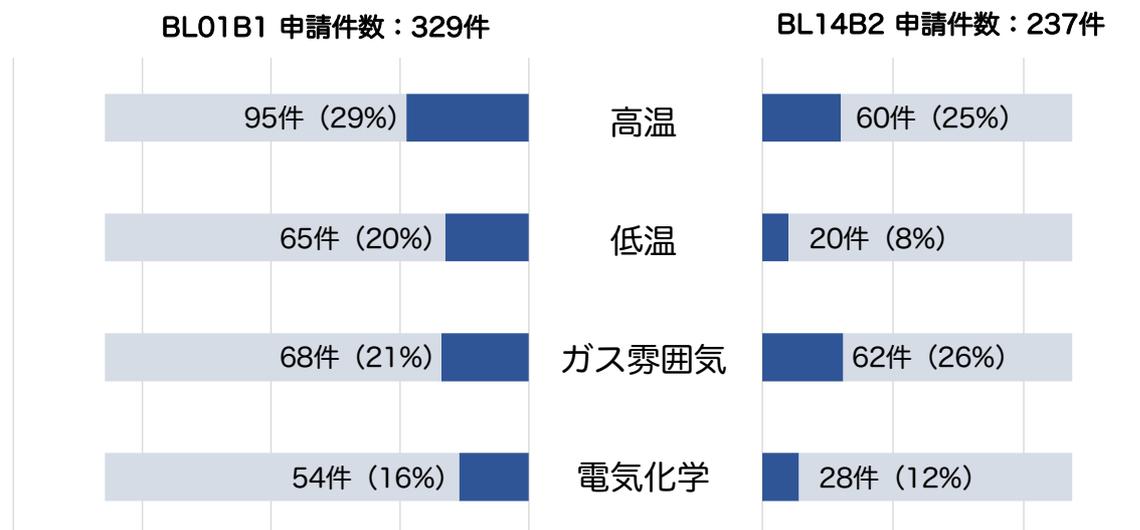
### 【測定モード】



24

## 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

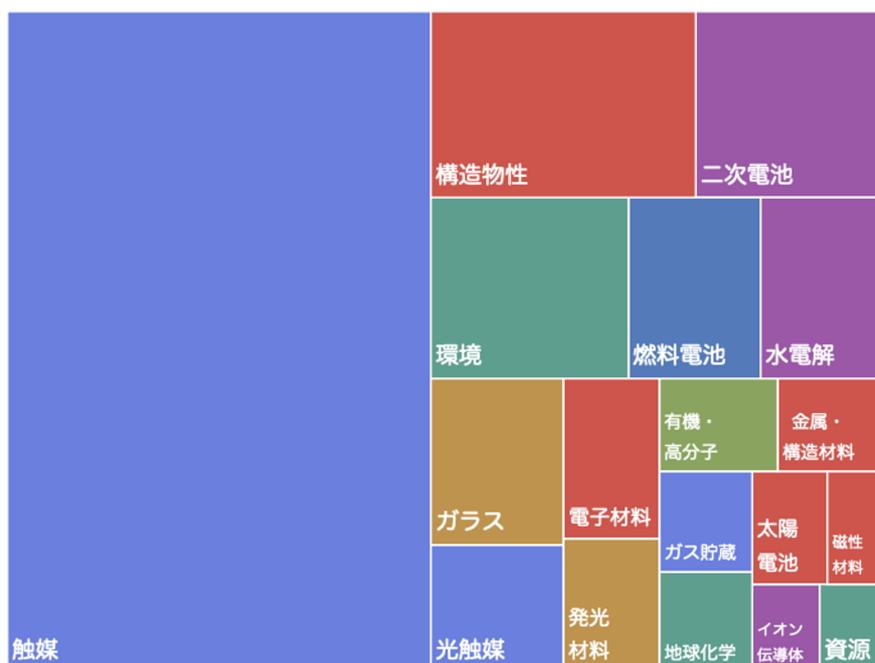
### 【in-situ/operando実験】



25

## 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

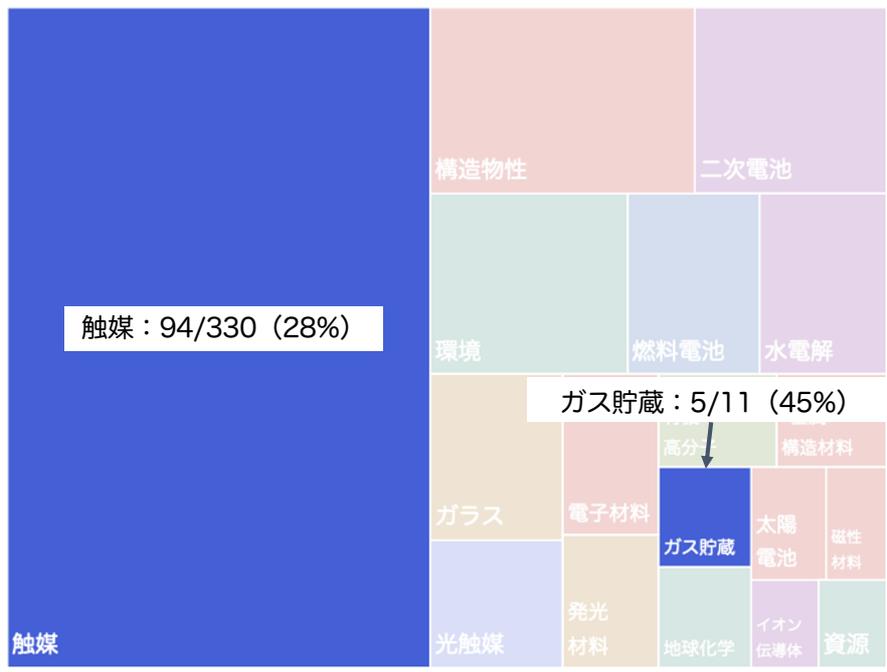
### 【研究分野・研究対象】



26

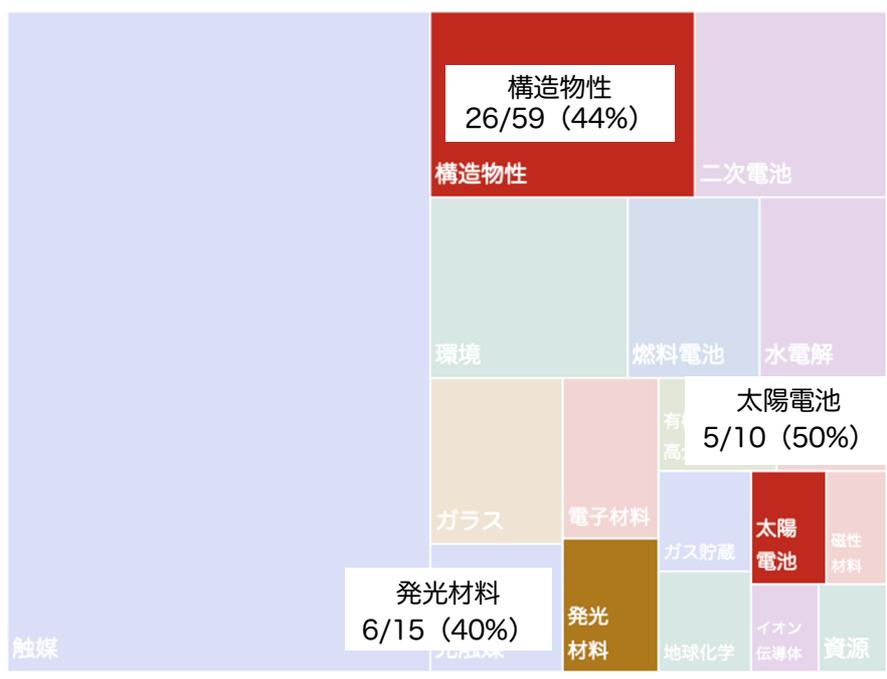
# 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

## 【高温&ガス雰囲気測定



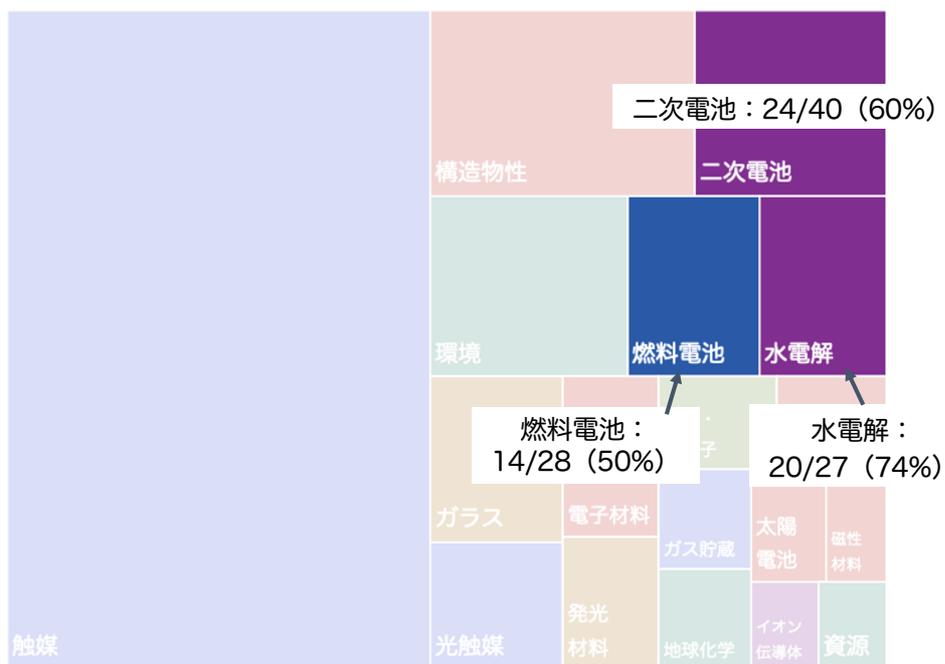
# 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

## 【低温測定



## 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

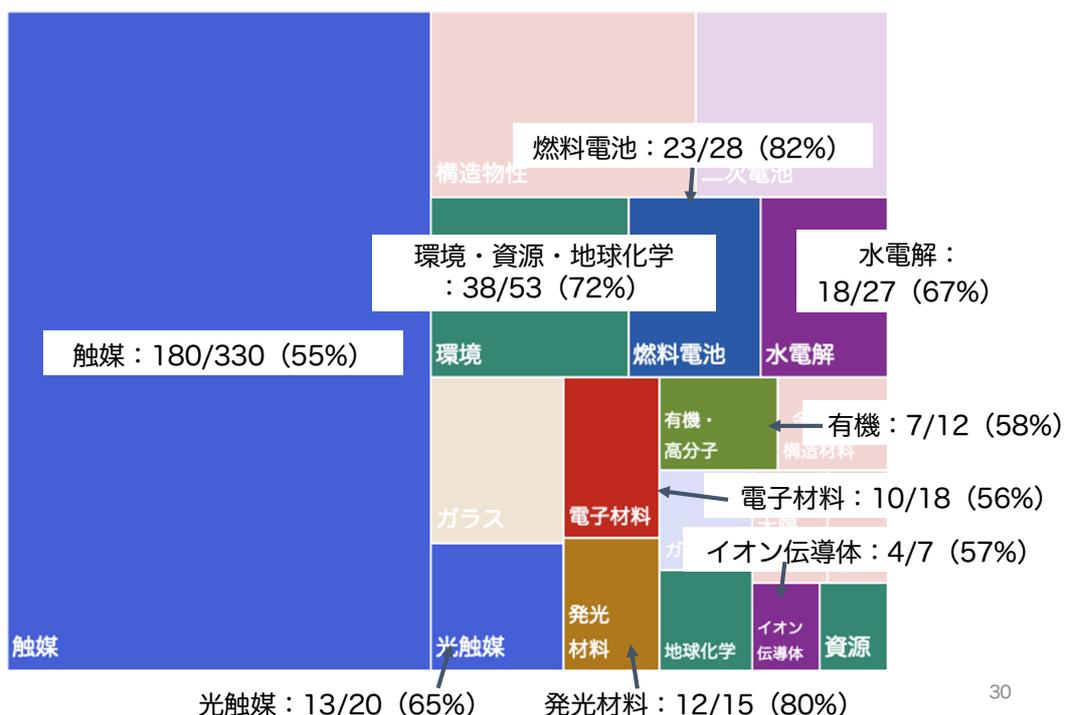
### 【電気化学制御実験の割合が多い研究分野】



29

## 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

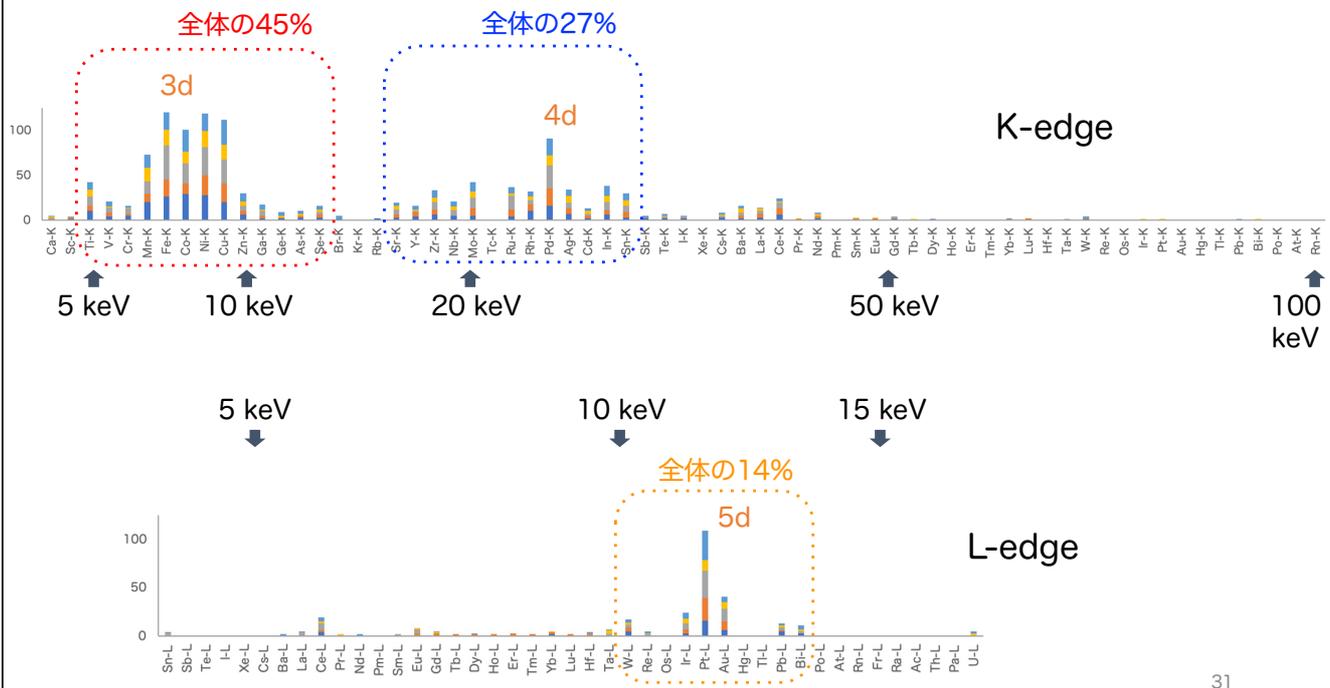
### 【MSSD蛍光収量測定の割合が多い研究分野】



30

# 利用ニーズ調査／2019A~2021B期 申請課題統計

【測定吸収端】 (BL01B1+BL14B2)



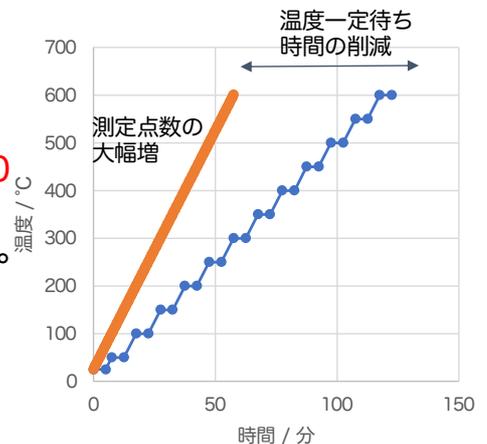
31

## 汎用XAFS再編WGにおける検討状況

### 【in situ実験の効率化】

加熱・昇温実験では、右図のように測定したい温度で一定に保つケースが多い。測定時間が現在の**1/10程度**になれば、同じ昇温速度でも測定時間中の変化が抑えられるため昇温しながらの測定が可能になる。

- 1 測定の時間を1/10にするには、
  - 試料位置での光子密度10倍
  - 分光器の速度10倍 (現状1500 pps)
 にする必要がある。



測定パターンの一例  
測定時間の短縮により保持時間が不要になり昇温時間が全て測定に充てられる。

### 【蛍光収量測定的时间短縮／配分可能モードの拡張】

光子フラックスが10倍になれば測定時間が単純に1/10に。高効率で数え落としによる制限の少ない検出器・処理系の導入により、マシンタイムの有効化が促進できる。現状ではA,B,C以外の運転モードは避けて運用。

32

## 汎用XAFS再編WGにおける検討状況

### 【1. 分光器の高度化】

- ・現在の分光器は大型で高速掃引には不向き（現状～0.08 deg/s）。
- ・安定に高速掃引しビーム位置変動のない高性能二結晶分光器の導入を目指す。
- ・対応するエネルギー範囲として4 keV以下も視野に入れて検討する。
- ・ミリ秒でのクイックなどの超高速スキャンはBendingの強度では実用的でないので、アンジュレーターBLと棲み分ける。



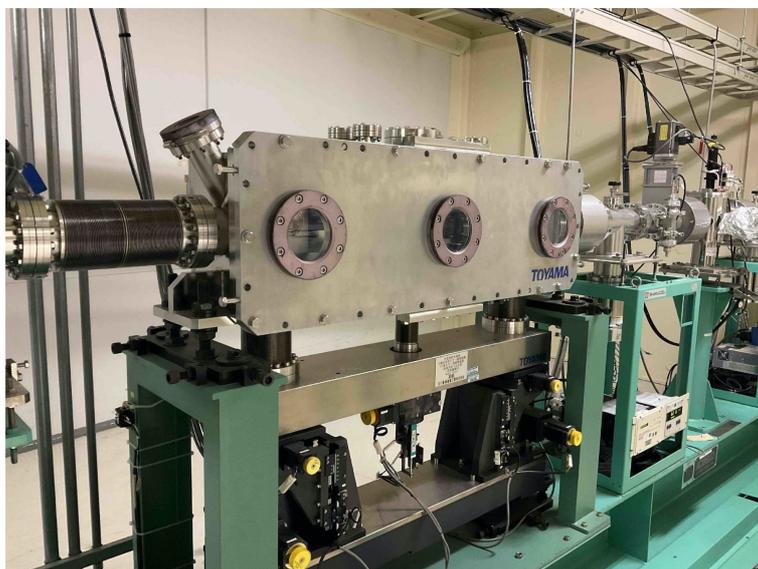
初期のSPring-8標準型二結晶分光器（BL01B1）

33

## 汎用XAFS再編WGにおける検討状況

### 【2. 横集光光学系の導入】

- ・試料位置での光子密度5~10倍を目指し横集光光学系の導入を検討。
- ・横集光に対応するエネルギー帯をどうするかは光学系の選択時に検討する。
- ・分光器の性能低下を避けるためモノクロによる集光はしない。



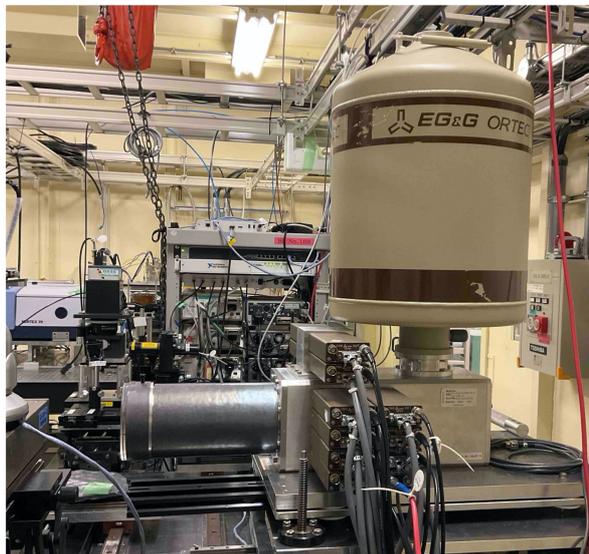
1 m長縦集光ミラー（BL01B1）

34

## 汎用XAFS再編WGにおける検討状況

### 【3. 蛍光収量用検出器】

- ・ 理研で開発中の検出器や市販の多素子検出器など、様々な選択肢を検討する。
- ・ 低エネルギー側はSDDが主流だが、高エネルギーをカバーするBendingでは引き続きGeの運用を続ける。
- ・ 運転モードによる数え落としを防ぐ高速処理系の導入も引き続き進める。



19素子Ge半導体検出器 (BL01B1)

35

## 汎用XAFS再編WGにおける検討状況

### 【4. 白色X線の利用】

BL28B2でのDXAFSが2021年度で運用停止。

汎用XAFSビームラインで整備すればガス設備などのユーティリティを兼用できるメリットはあるが、白色用ハッチへの改造やセットアップ変更といった運用上の問題をどうクリアするか、など課題は多い。オプションとして検討する。

### 【5. 試料周りの環境】

定盤上の機器ステージ類を自動化し、各種検出器や実験モードの切り替えを自動化することを検討中 (BL01B1)。



36

# SPRUC X線スペクトロスコーピー利用研究会

2023年1月12日

## プログラム

16:30~16:35

趣旨説明

研究会代表 熊本大学 大山順也

16:35~16:45

BL01B1/BL14B2の運用体制変更・利用状況

JASRI 本間徹生

16:45~17:35

汎用XAFSビームラインの現状と再編WGでの議論の紹介

JASRI 片山真祥

17:35~18:00

汎用XAFSビームラインの再編についてディスカッション

司会 近畿大学 朝倉博行

37

# アンケートご協力をお願い

<https://forms.gle/J45XNFvAQ2KQfX6E9>



1月31日まで回答を受け付けています

38

# 【参考】 SPring-8-II CDR (理研, 2014) より

<http://rsc.riken.jp/pdf/SPring-8-II.pdf>

## 輝度

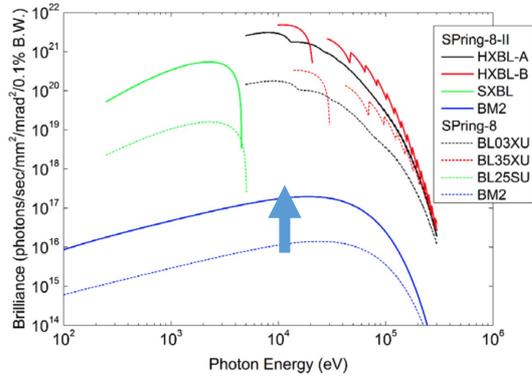


Fig. I-2.4.1: Expected brilliance curves in typical beamlines in SPring-8-II in comparison with those in SPring-8.

## トータルフラックス

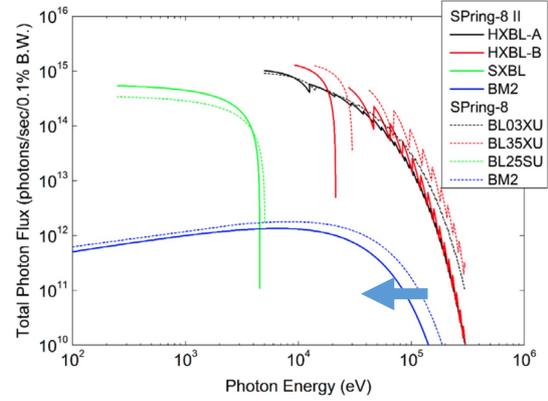


Fig. I-2.4.2: Expected total flux in typical beamlines in SPring-8-II in comparison with those in SPring-8.