

硬X線XAFSのラウンドロビン検討状況・今後の計画

KEK・物質構造科学研究所木村正雄

(測定参加) (東→西)

- フォトンファクトリー (KEK-PF)
君島堅一、仁谷浩明、丹羽尉博、阿部仁、木村正雄
- あいちシンクロトロン光センター (AichiSR)
池野成裕[†]
- SPring-8
渡辺剛、内山智貴[§]、本間徹生、大淵博宣
- 佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS)
瀬戸山寛之、岡島敏浩
- 立命館大学 SRセンター
片山真祥

(現所属)[†]大林組, [§]京大

発表の内容

- 背景（問題意識）

 - なぜ、今 ラウンドロビン(RR)実験？

- ラウンドロビン実験の概要

 - ・ バルク標準試料(2016FY)
 - ・ 時分割測定(2017FY)
 - ・ 低濃度試料(2018FY)

- 今後の展開

背景（問題意識）

1. ユーザーにとっての目安が欲しい

「正しく測定できている？」

「報告例と違うけど、試料のせい？測定法？施設のせい？」

* XAFSがメインでない(特に企業)研究者で重要

* 新たなユーザー拡大のためにも

2. 施設スタッフにとっても目安があると良い

* 自身の測定法の妥当性の確証、高度化の基準、…

* より親切なユーザー対応

「* * 施設で測定したデータなんですけど、…」

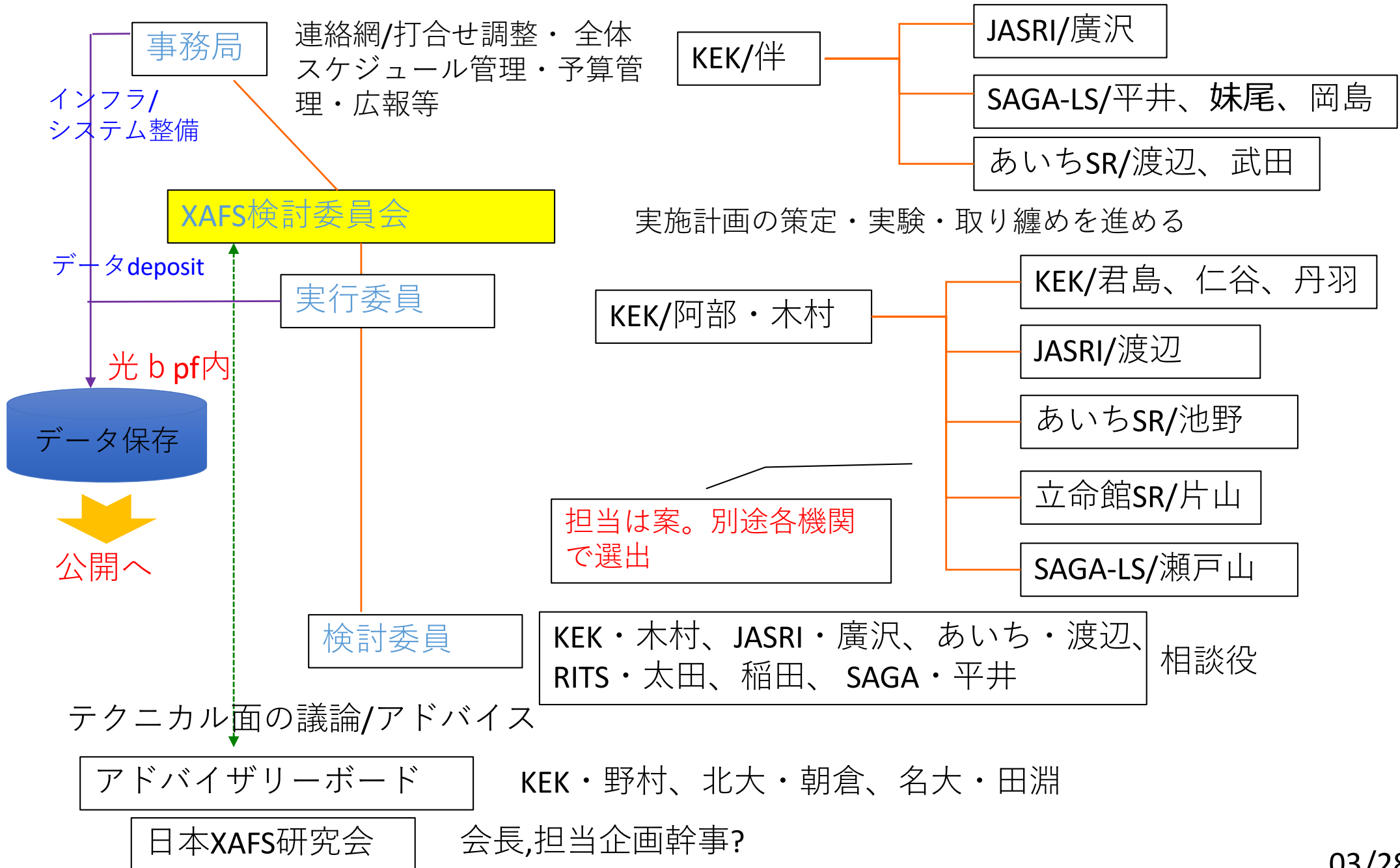
3. データベース構築、データの情報科学処理化、への対応

XAFSラウンドロビンの進め方

	公開	非公開
測定限界を明確にする		<ul style="list-style-type: none"> 微量サンプルの測定 実試料の測定 ex.標準試料
守備範囲内だが、その差(特徴)を明確にする		<p>Phase 2 2017FY~2018FY</p> <p>蛍光XAFS, 微量</p> <p>透過XAFS, quick</p>
確実に測定できる内容、お互いの施設を知ることがメイン		<p>Phase 1 ~2016FY</p> <p>透過XAFS, foil</p>

Phase 3
2018FY末を目処に
検討を進める

ラウンドロビン/初心者フローチャート構築のための活動体制(案)



発表の内容

➤ 背景（問題意識）

なぜ、今 ラウンドロビン(RR)実験？

➤ ラウンドロビン実験の概要

- ・ バルク標準試料(2016FY)
- ・ 時分割測定(2017FY)
- ・ 低濃度試料(2018FY)

➤ 今後の展開

ラウンドロビン実験スケジュール

実施日	施設	ビームライン
2016.11.29	PF	BL12C
2016.12.12-13	SPring-8	BL14B2
2016.12.27	Aichi-SR	BL5S1
2017.01.18	SAGA-LS	BL11
2017.01.24-25	Aichi-SR	BL11S2

*それぞれに工夫してBTを確保

測定試料一覧 (透過法)

	PF	SPring-8	Aichi-SR	SAGA-LS
Ti-foil (3 μ m) TiO ₂ (anatase)	○測定済み	○測定済み	○測定済み	
V-foil (4 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Cr-foil (3 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Mn-foil (2 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Fe-foil (5 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Co-foil (4 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Ni-foil (3.7 μ m)		○測定済み	○測定済み	
Cu-foil (5 μ m) CuO	○測定済み	○測定済み	○測定済み	
Zn-foil (5 μ m)		○測定済み		
Zr-foil (20 μ m) ZrO ₂	△Step測定済み	○測定済み		別途表
Ta-foil (3 μ m)		○測定済み		
W-foil (3 μ m) WO ₃		○測定済み		
Pt-foil (2.5 μ m)	○測定済み	○測定済み		
Au-foil (2.5 μ m)		○測定済み		
PbO	○測定済み	○測定済み		

試料の作製方法

標準試料ペレット作製方法

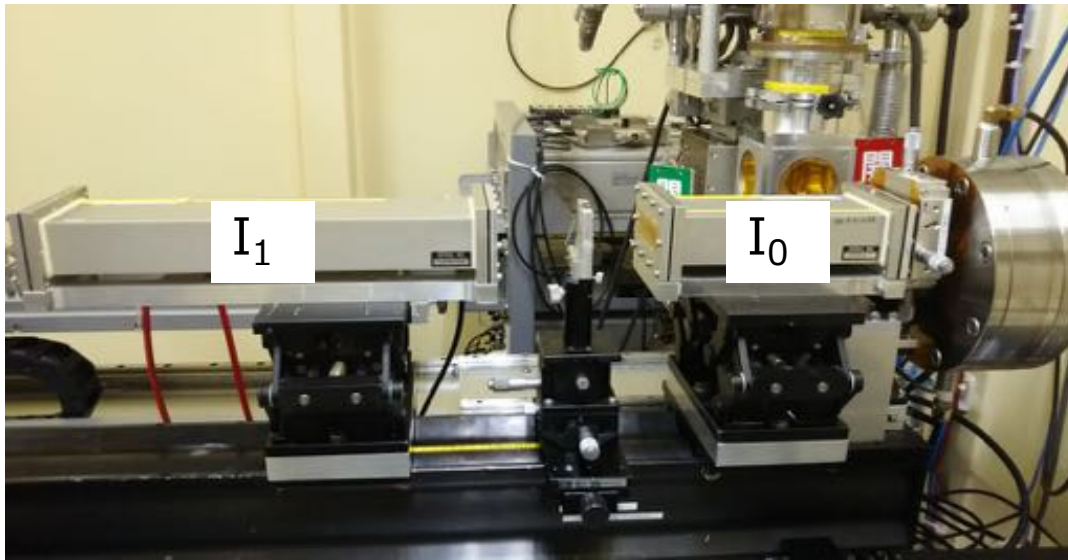
- ① $\Delta\mu t = 1$ になるような試料重量を計算、秤量する。
- ② BNを70 mg 秤量する。
- ③ 試料とBNを乳鉢で30分間混合する。
- ④ 直径10mmの錠剤成形器でペレット化する。

蛍光法用ペレット作製方法

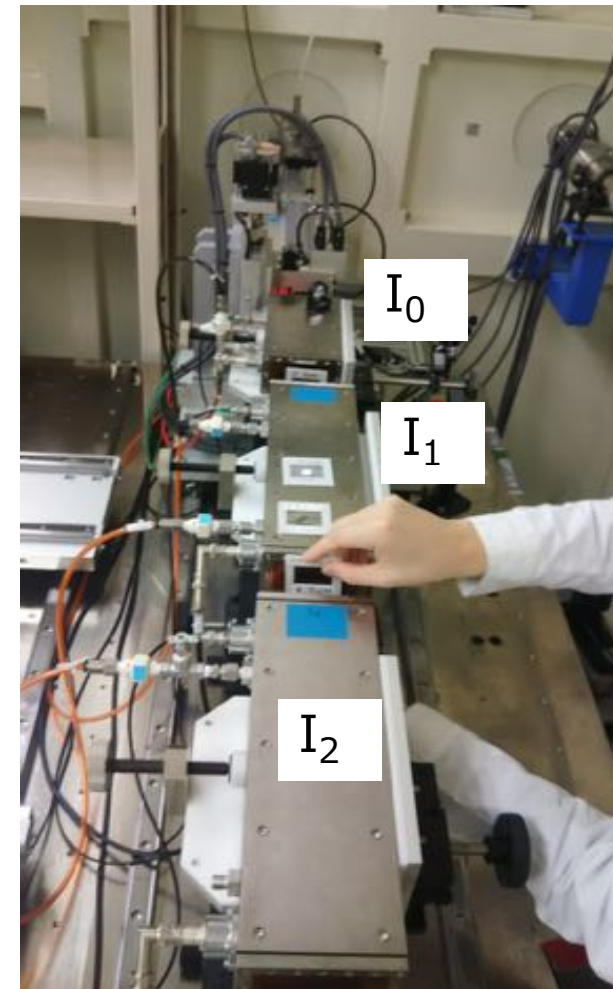
- ① 試料をBNで10wt%に希釈する。（試料=10wt.%, BN=90wt.%）
- ② ①を10 mg秤量し、BNを90 mg 加えて、1/10に希釈する。
- ③ ②と同様の方法でさらに1/10に希釈する。
- ④ 目的の濃度になるまで1/10希釈を繰り返す。
- ⑤ 目的の濃度になったら70 mg秤量し、ペレット化する。

実験ハッチの様子

PF

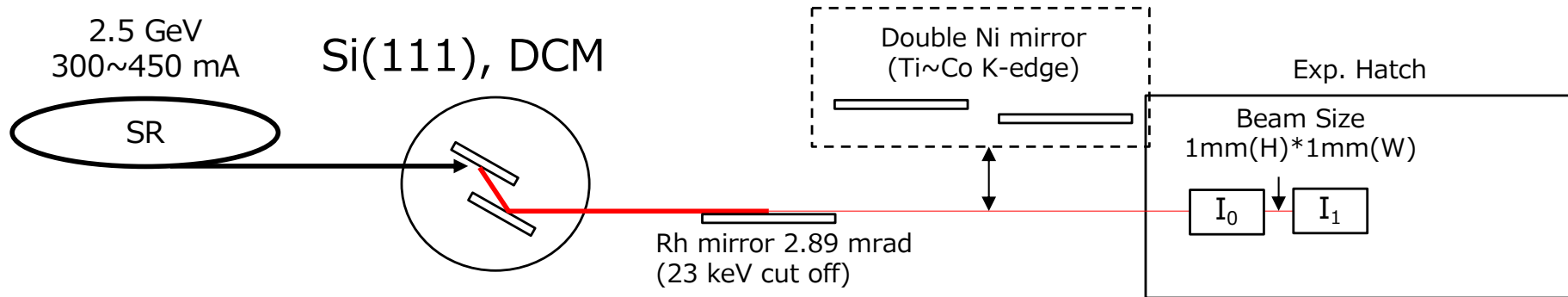


Aichi-SR

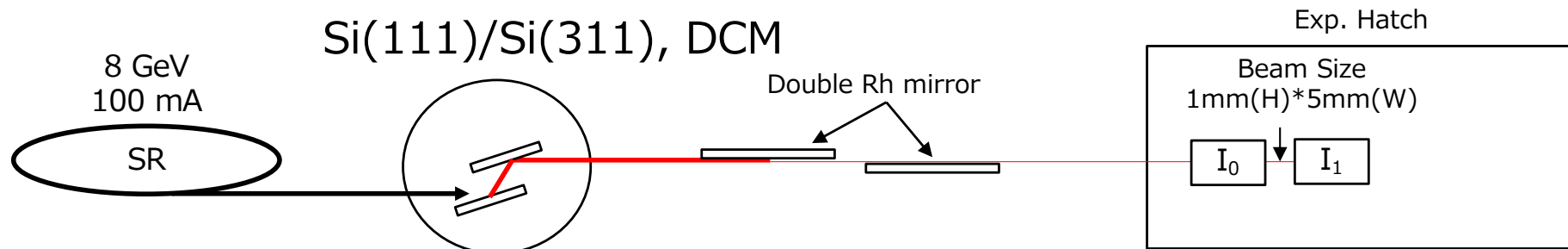


各ビームラインの光学系

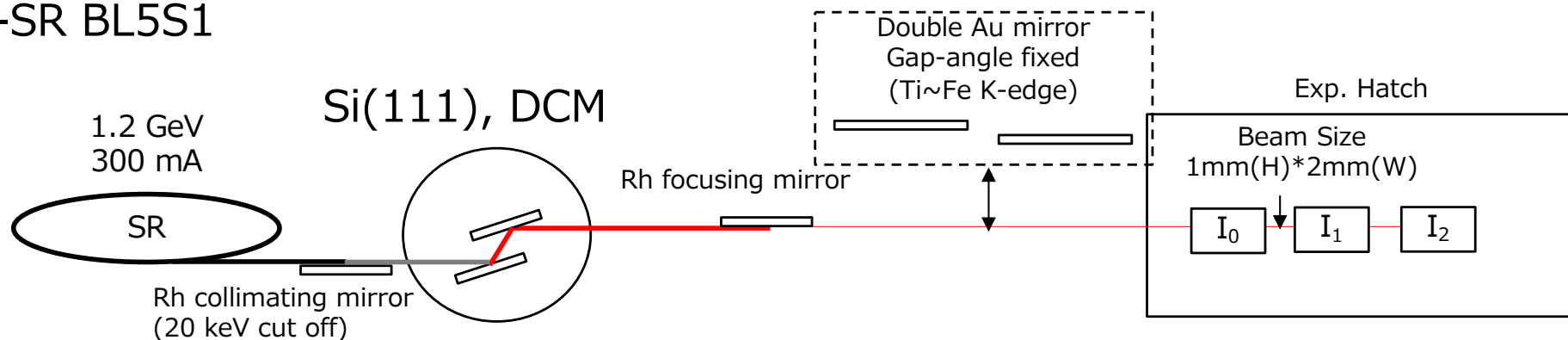
PF BL12C



SPring-8 BL14B2



Aichi-SR BL5S1



施設間データ比較 Cu foil

(検討中のため割愛)

RRの成果 & これからの課題

0. 施設スタッフのnetwork

1. エネルギー校正方法の標準化

* 各施設で流儀(標準的ルーチン)が違う
(edge毎での補正の有無, ...)

2. 測定系の高度化への feedback

* 各施設で 測定条件の '適正' 範囲は違う
(Quickでのスキャン速度, ...)

知っている人は知っている情報だけど・・・

非専門家には重要な情報、
プラットフォームとしてサポートしていく

低濃度試料の実用的¹⁾検出限界 の測定

➤ 目的

- ✓ ユーザーから問い合わせの多い質問

低濃度の試料の測定について

「どのくらいの濃度まで」(濃度の下限)

「どのくらいの時間で」

測定出来るか？

- ✓ 異なる施設間でどの程度同じ品質のデータが得られるか

✓ ラウンドロビン実験

「共通標準試料」を「各施設(ビームライン)」で測定して、実用的な^{*1}測定限界について施設間の共通認識を持つ。施設間の枠を越えたユーザーの利用支援に生かす。

施設間の性能比較が目的では無い

^{*1} 実用的な：ユーザーの利用方法を考えて、非現実的な長時間の蓄積を行なわない。

低濃度試料の実用的検出限界 の測定：実験

各施設の”標準的”な測定条件で測定

	Detector*1	Filter	Slit	測定時間 (標準)	ICR /cps @center	mode
あいちSR BL5S1	7(7)-SDD	なし	あり	60min × 1	110k	step
SAGA-LS BL11	19Ge(16)-SSD →7(7)-SDD	Ni 3μt	あり	35min × 4	10k	step
SPring-8 BL14B2	19Ge(18)-SSD	なし	無し	25min × 2	95k	step
PF BL-9A	19Ge(<15)-SSD	Ni 6μt	あり	30min × 2	100k	step

試料
Cu酸化物/
BN希釈ペレット

目標濃度 /ppm	CuO_A /ppm	Cu ₂ O_A /ppm	CuO_B /ppm
1000	1024	705	998
100	147	96	119
10	80	17	11
1	13	4	3

RRの成果 & これからの課題

0. 施設スタッフのnetwork

1. エネルギー校正方法の標準化

- * 各施設で流儀(標準的ルーチン)が違う
(edge毎での補正の有無, ...)

2. 測定系の高度化への feedback

- * 各施設で 測定条件の '適正' 範囲は違う
(Quickでのスキャン速度, ...)
- * 低濃度の測定のS/Nを上げる工夫の共有
(ソーラーสลット(vs ROI), ...)

RRの成果 & これからの課題

0. 施設スタッフのnetwork

1. エネルギー校正方法の標準化

- * 各施設で流儀(標準的ルーチン)が違う
(edge毎での補正の有無, ...)

2. 測定系の高度化への feedback

- * 各施設で 測定条件の '適正' 範囲は違う
(Quickでのスキャン速度, ...)
- * 低濃度の測定のS/Nを上げる工夫の共有
(ソーラーズリット(vs ROI), ...)

3. 標準試料の共有 * 相互チェック、国際RRの動きもあり

4. 実試料への展開