A1

汎用XAFS、自動XAFS

BL01B1, BL14B2, BL32B2

関連キーワード：局所構造、化学状態、オペランド

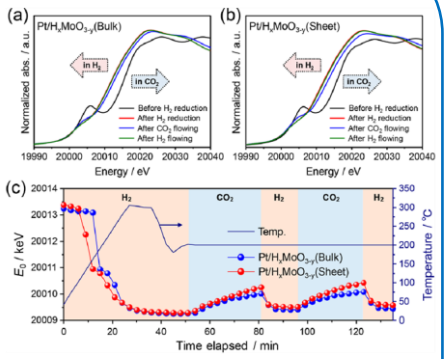
- 特徴

X線吸収微細構造（XAFS）法は、物質の電子状態や原子レベルの局所構造を調べる手法で、 結晶・非晶質を問わず様々な形態の物質に適用できます。**元素選択性があるため多くの元素が協働する材料系の解析に有効**です。**反応条件でのリアルタイムその場計測**にも威力を発揮します。SPring-8では**多数の試料を連続して自動的に計測を行うシステム**やXAFS測定用ペレット作製ロボットを活用した、計測の自動化・省力化を進めています。また、触媒化学のオペランド実験で利用される反応ガスや加熱セルを安全・簡便に取り扱えるよう、実験環境を整備しています。

- ギャラリー

反応ガス供給装置と触媒のIn-situ状態解析

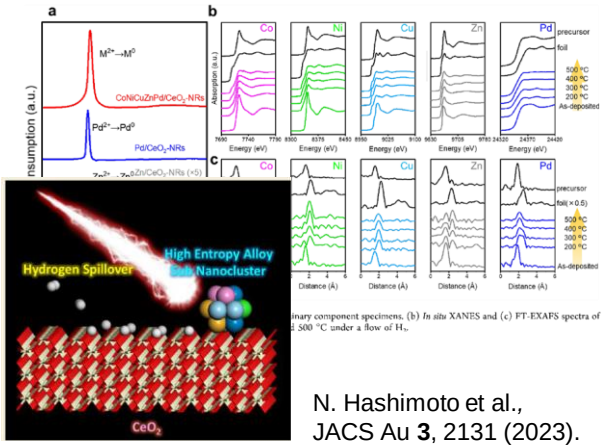




BL01B1

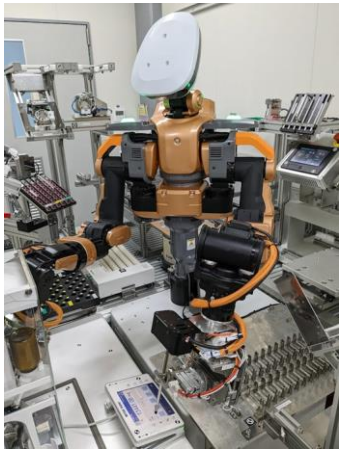
Y. Kuwahara et. al., J. Phys. Chem. C **127**, 4942 (2023).

元素選択性を活用した
ハイエントロピー合金ナノ粒子の構造解析



N. Hashimoto et al., JACS Au **3**, 2131 (2023).

XAFS測定用ペレット作製ロボット



BL14B2

- SPring-8-IIに向けて

光源の性能向上に合わせたビームライン光学系の高度化により、**試料位置での光子密度を現在の10倍以上に向上**させます。検出系では、**高計数率対応蛍光検出器及びデジタルシグナルプロセッサの導入により、従来に比べて大幅に短い時間で低濃度試料のXAFS測定**を実現させます。計測時間が短くなり膨大なデータが創出されるため、データ科学と連携した解析が進められるように準備を進めています。

A2

X線発光分光・高エネルギー分解能XAFS

BL39XU, BL36XU, BL12XU

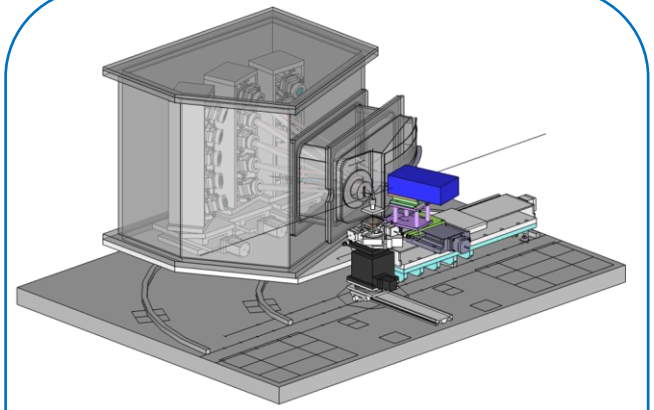
関連キーワード：高感度化学状態分析、微量元素分析、X線ラマン散乱

- 特徴

SPring-8の**高輝度X線**は、X線吸収過程で発生する蛍光X線の**高エネルギー分解能**観測(X線発光分光;XES)を実用レベルで可能とし、それを巧みに利用して高エネルギー分解能XAFS(HERFD-XAFS)スペクトルが得られるようになりました。HERFD-XAFSでは、**従来型XAFSの限界を超えたスペクトル微細構造や微量元素の観測が可能**であり、**特定の元素の化学状態**(局所構造・結合状態・価数など)の微小変化を明瞭に捉えることができるため、**物性物理**から**触媒化学**、**地球環境科学**などの幅広い分野で活用されています。

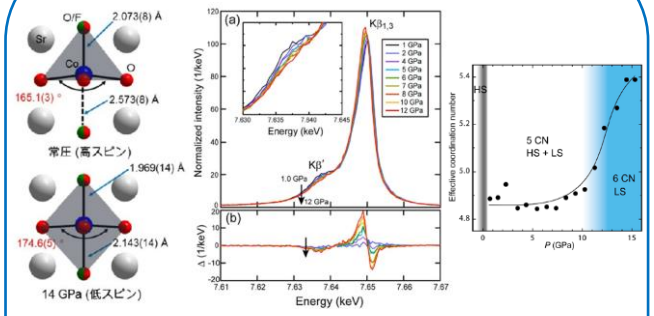
- 事例

高感度型X線発光分光器



✓ 最大15結晶搭載可能
✓ アナライザー結晶を真空チェンバー内に設置

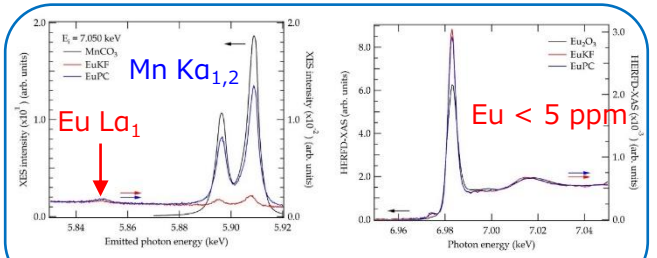
XESによる高圧力下でのスピン転移の観測



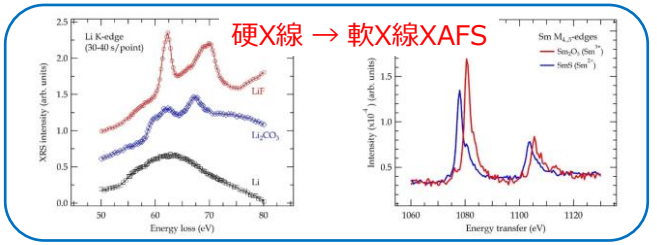
高圧力下でのCo 3d状態の観測
→ 圧力誘起スピンクロスオーバーの検証に成功

Tsujimoto, *et al.*, Sci. Rep. **6**, 36253 (2016).

HERFD-XAFSによる希薄Euの価数状態分析



R. Konagaya, *et al.*, Chem. Lett. **50**, 1570 (2021).



X線ラマン散乱

- SPring-8-IIに向けて

輝度100倍の次世代超高輝度放射光を活かすことで、**高エネルギー分解能でかつ高感度なスペクトル取得技術の革新**を進めます。また、本手法の超高感度測定による**超微量元素の化学状態分析**の実現は、これまで観測不可能であった元素の電子状態解析を可能とし、レアメタル資源の発掘や地球・惑星環境科学への多大な貢献へ寄与します。また、超高感度測定による**超ハイスループット測定**を実現し、マテリアルズ・インフォマティクスなどを利用した次世代機能性材料の開発に向けたデータベース構築を進め、日本が誇る産業利用の技術革新に寄与します。

A3

XAFS-CT、XAFSイメージング

BL36XU, BL37XU, BL39XU, BL29XU

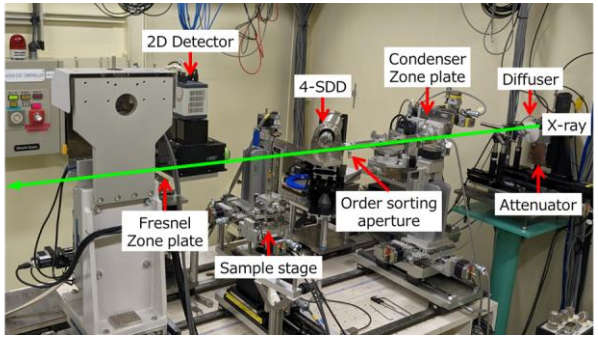
関連キーワード：オペランド、化学状態可視化、投影型、結像型、高速走査型

- 特徴

X線イメージングとXAFSや蛍光X線分析を組み合わせることで、**元素分布やその化学状態(局所構造・結合状態・価数など)の2D/3D分布を可視化**し、その相関を調べることが可能となるため、**燃料電池触媒**や**環境科学**などの分野で利用されています。エネルギー軸を掃引する必要があるため、計測時間短縮のために**投影型・結像型**といった透過法での利用が多いですが、最近では高感度・高計数率蛍光検出器の導入と併せてon-the-flyスキャンという手法での**高速走査型**の利用や拡大・縮小率可変な光学系も開発されており、微量元素の観測やマルチスケールイメージングの実用化が進んでいます。

- 事例

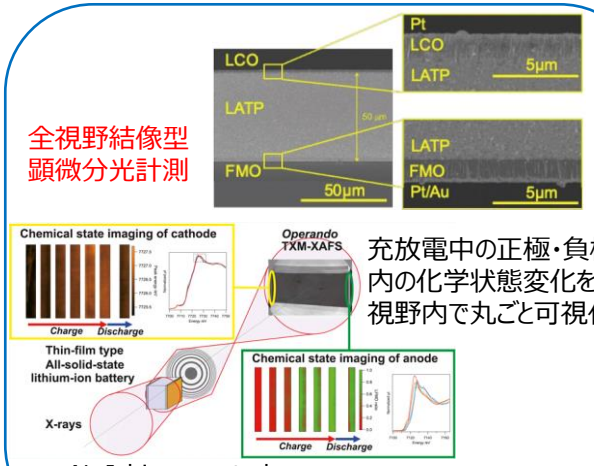
全視野型顕微分光計測装置



✓ 高速でかつ広視野の投影型CTが可能
✓ 高分解能結像型CT: 検出器の設置@実験ハッチ3
→ 高倍率・高効率計測を実現

薄膜型全固体電池の電極反応の可視化

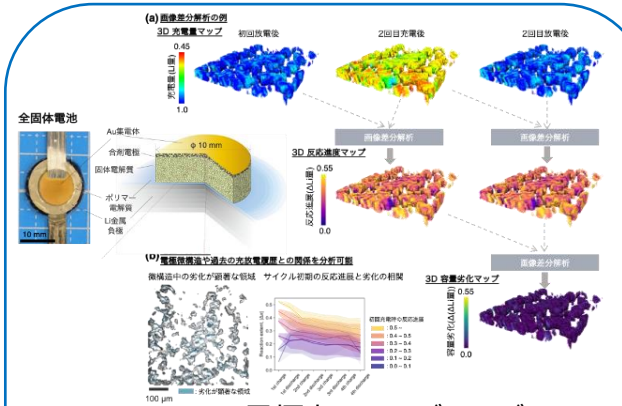
全視野結像型
顕微分光計測



充放電中の正極・負極層内の化学状態変化を同視野内で丸ごと可視化

N. Ishiguro, et al.,
ACS Appl. Energy Mater. **6**, 8306 (2023).

蓄電池電極劣化の経時的進行の3次元可視化



全視野投影型
顕微分光計測

電極内のいつ、どこで、どのように劣化が起こるかを解明

Y. Kimura, *et al.*, Small Methods, (2023).
DOI：10.1002/smtd.202300310

- SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIで実現する高コヒーレンス光や高輝度ナノビームを最大限に活かしたXAFSイメージング手法の**高空間分解能・高スループット測定**と**マルチスケール観察**を実用化するための技術革新を進めます。これにより**元素や化学状態の空間分布や時系列変化計測の高効率化**を実現し、化学反応メカニズムの解明に寄与することで、触媒等の高機能性材料開発を加速します。また、**データ駆動科学**との連携によって、2D/3D空間モルフォロジーとそのキネティクスの解明を促進し、基礎研究から産業利用に亘る多方面での活用を目指します。

A4

蛍光X線イメージング・XMCDイメージング

BL37XU, BL29XU、BL39XU

関連キーワード: 化学状態・微細組織可視化、元素分布

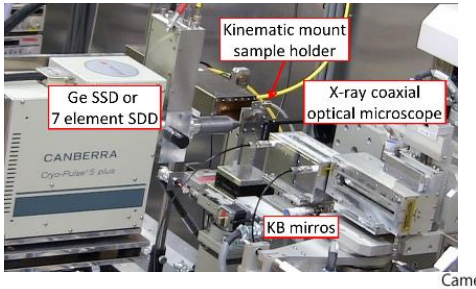
- 特徴

SPring-8では、微小なサイズに集光されたX線を試料上で走査し、発生する蛍光X線を分析する**蛍光X線イメージング計測**法が利用できます。広いエネルギー帯のX線を利用することで幅広い元素をターゲットとすることができ、物質中の**元素分布**や**化学状態**を**100nm程度の分解能**でイメージングすることができます。また、色収差の無いミラー光学系を利用した結像型の蛍光X線顕微鏡も開発されています。さらに、**円偏光X線を利用したX線磁気円二色性(XMCD)イメージング計測**が利用でき、走査型顕微分光やCTによる2D/3D磁区構造観察などが可能となっています。

- 事例

蛍光X線イメージング装置

走査型蛍光X線イメージング装置

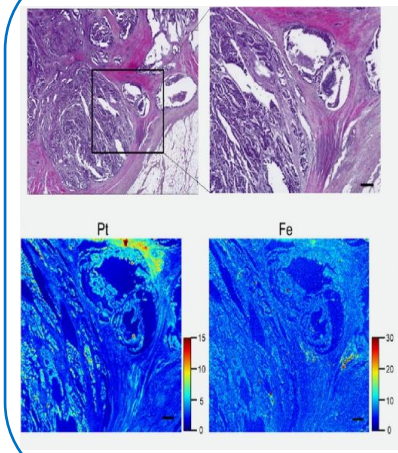


結像型蛍光X線顕微鏡



S. Matsuyama *et al.*, Opt. Express **27**, 18318 (2019).

ヒト腫瘍組織内の抗がん剤分布の可視化・定量化

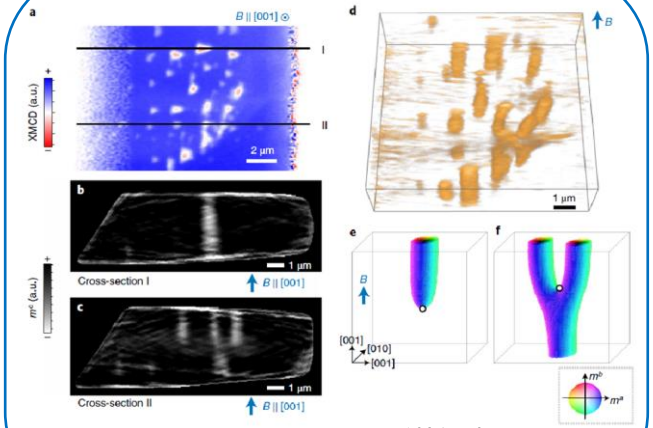


直腸癌の代表的な病理組織像

走査型XRF像
左：プラチナ(Pt)
右：鉄(Fe)

R. Koba *et. al.*, Int. J. Cancer. **146**, 2498 (2020).

XMCD-CTによるスキルミオンひもの3D形状の可視化



XMCD-CTによる3D形状観察

S. Seki et al., Nat. Mater. **21**, 181 (2022).

- SPring-8-IIに向けて

極低エミッタンス光源による**100倍の高輝度ナノビーム**を最大限に活かし、集光・結像光学系と検出器の技術革新を進めることによって、イメージング計測の**高スループット化**を実現します。これによって、物質・材料の微細組織の相関解析が可能となり、電池材料、触媒、磁性材料、および生命科学試料などの**operando/in-situ計測**への展開が期待できます。また、データベースとスーパーコンピュータを活用した**マテリアルズ・インフォマティクス**との連携によって、新規高機能性材料の開発が加速し、高度産業社会の抱える環境問題などへの貢献が見込まれます。

A5

高速XAFS（QXAFS）

BL36XU

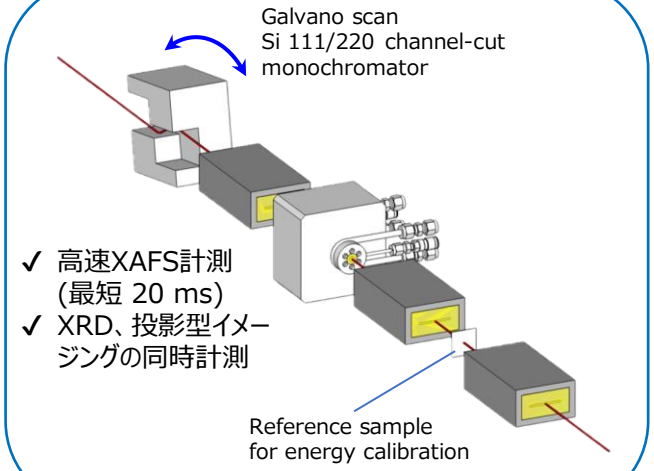
関連キーワード：時間分解XAFS、複合計測、化学状態可視化、オペランド

- 特徴

XAFSは**元素選択的に化学状態や局所構造の解析が可能**な手法ですが、一般的には入射X線のエネルギーを走査する必要があり、測定に比較的長い時間を要します。SPring-8ではコンパクト分光器の利用による**ミリ秒オーダーのQXAFS**が可能で、**燃料電池の触媒反応の追跡**などに利用されています。また、X線回折(XRD)や投影型イメージングとの同時複合計測により、結晶構造との相関や**2D/3D化学状態分布の時間的変化**を追跡することが可能で、触媒化学だけでなく、学術から産業利用まで幅広い分野での活用が期待されています。

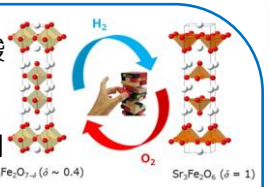
- 事例

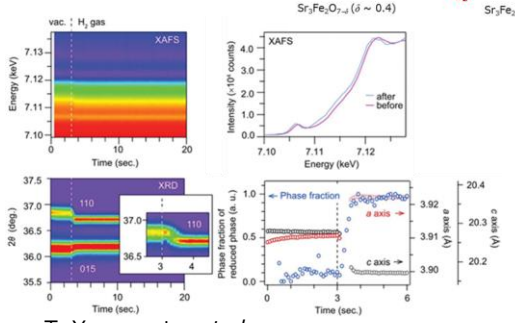
QXAFS計測装置



QXAFS計測による酸素脱離反応過程の観測

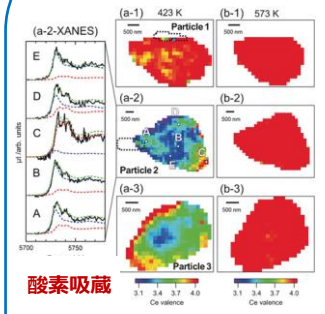
酸素貯蔵材料 $Sr_3Fe_2O_{7-\delta}$ の酸素脱離反応
✓ XAFS/XRD同時計測実現
→ 結晶構造と化学状態の相関





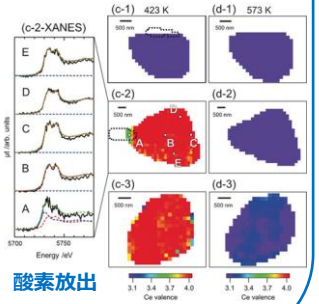
T. Yamamoto, *et al.*, Advanced Science **10**, 2301876 (2023).

触媒粒子の酸素吸蔵・放出反応の空間分布



H. Matsui, *et al.*, Angew. Chem. Int. Ed., **55**, 12022 (2016).

$Pt/Ce_2Zr_2O_x$ 触媒粒子
✓ QXAFS+投影型イメージングの実現
→ Ce 価数の空間分布の観測



- SPring-8-IIに向けて

SPring-8-IIでの輝度100倍を活かし、QXAFS計測における**100倍以上の高速化(マイクロ秒オーダー)とスペクトル計測の高精度化**を実現するための技術革新を進めます。この時間スケール拡張によって、化学反応や局所構造の時間変化の追跡と莫大な多次元データの取得へ寄与し、反応機構データベース構築の実現で新物質・新材料開発を加速します。また、**ベイズ統計理論**や**AI技術**などのデータ科学と連携し、得られた多次元ビッグデータを最大限に活用することで、反応メカニズムの解明に必要な多彩な情報の抽出を進めています。