BL-10 テンダーX線 XAFS ビームライン

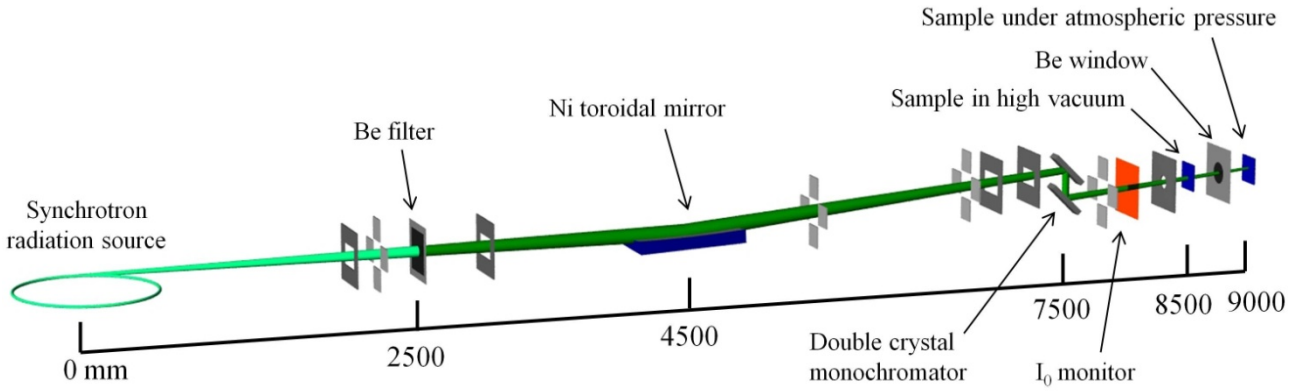
◆概要

立命館大学 SR センター BL-10 は 2 結晶分光器を用いた 1000～4000 eV 程度のテンダーX 線の XAFS 用のビームラインで、K 吸収端では Na、Mg、Al、Si、P、S、Cl、Ar、K、(Ca)、L 吸収端では Zn～Sb の測定が可能である。高真空測定室、大気圧測定室（He ガス雰囲気）がタンデムに配置され、試料は固体以外にも液体やゾル・ゲル等の測定が可能である。また、近年開発したトランスファーベッセルを使用し、嫌気性試料をグローブボックスから大気非暴露で輸送・測定することも可能である。

◆ビームラインの構成

○フロントエンド
　可視・真空紫外光カット用 Be フィルタ
○集光鏡
　Ni (1000 Å)/Si トロイダルミラー
○分光器
　ゴロブチェンコ型 2 結晶分光器
　Beryl(10-10)、Quartz(10-10)、KTP(011)
　InSb(111)、Ge(111)、Si(111)、Si(220)
○Io モニタ
○高真空測定室、大気圧測定室

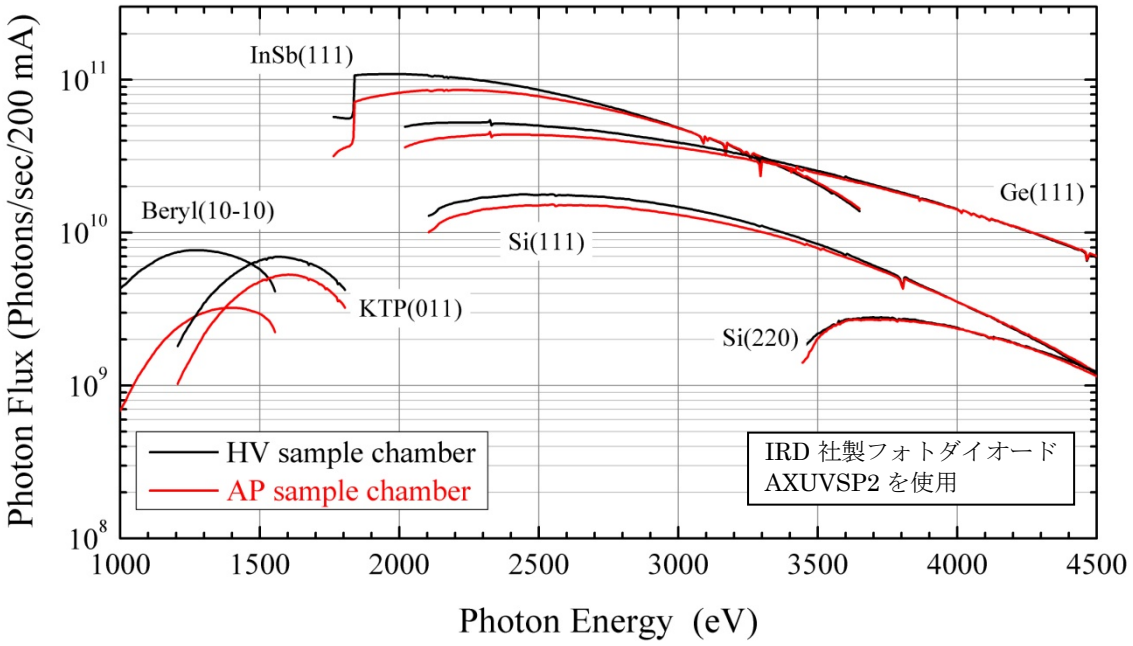
◆光学系のレイアウト



◆ビームラインの仕様

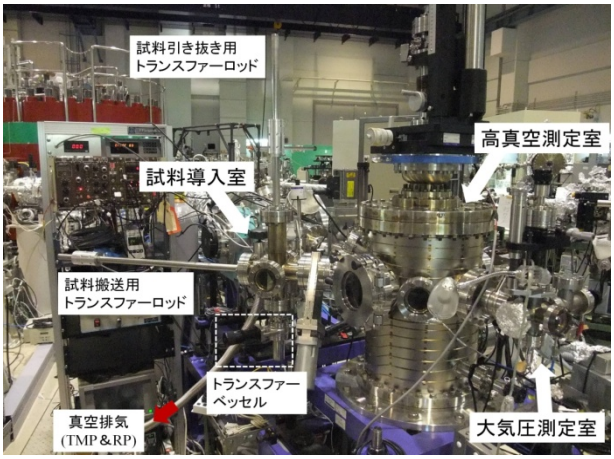
構成	フロントエンド、集光ミラー、2 結晶分光器、Io モニタ、測定室
エネルギー範囲	約 1000 ～ 4000 eV 程度
ビームサイズ	高真空測定室：約 6 mm × 3 mm ／ 大気圧測定室：約 5 mm × 2 mm
フラックス	10^{8}－10^{10} photons/sec 程度
測定室	高真空測定室：5 分程度の排気で測定可。試料 16 個取り付け可。 大気圧測定室：30 分程度で He ガス置換可。試料 5 個程度取り付け可。
測定モード	全電子収量(サンプルカレント)、蛍光 X 線収量(シリコンドリフト検出器)、透過法
測定試料形態	固体(ウエハー、粉末など)、溶液、ゲルなど
その他	高真空測定室：全電子収量、蛍光収量測定、透過法が可能。 トランスファーベッセル(BL-2 と共通)の利用可能。

◆試料上のフラックス

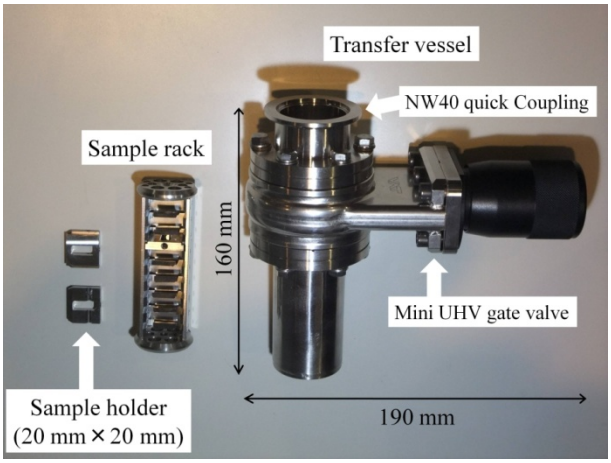


HV：高真空、AP:大気圧

◆大気非暴露試料輸送・設置システム

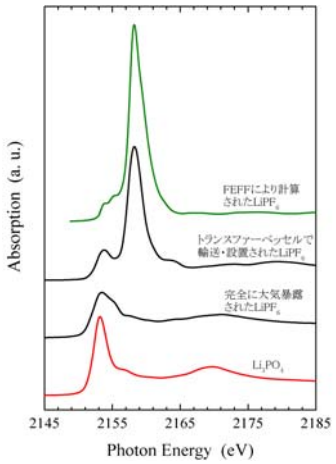


試料導入系と測定室

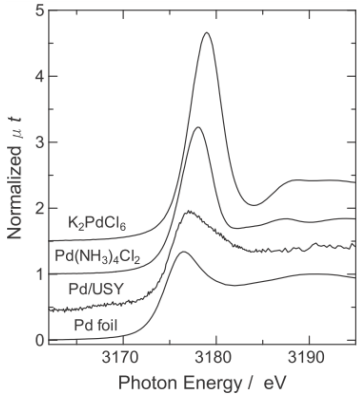


トランスファーベッセル

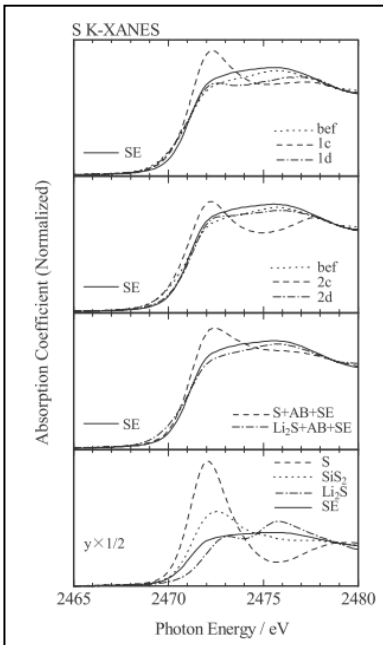
◆測定例

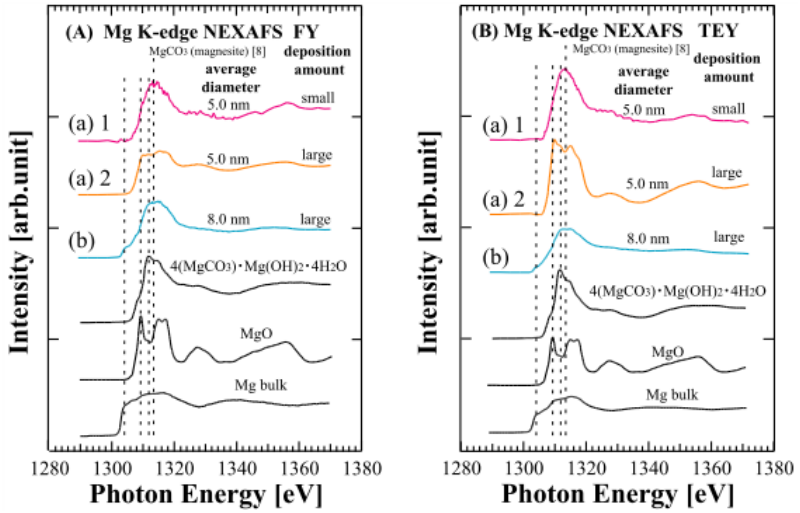


大気非暴露／大気暴露 $LiPF_6$ の P　K 端 XANES スペクトル (TEY).

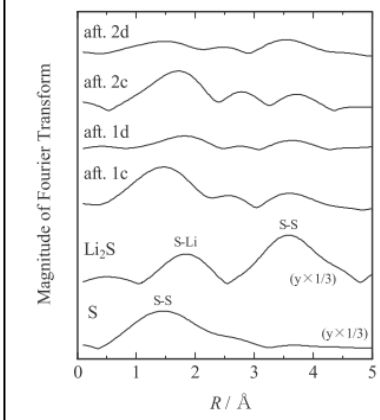


キシレン溶液中で水素バブリングされた Pd/USY ゼオライトの Pd L_3 端 XANES. スペクトル (大気圧下測定).
K. Okumura et al., *J. Catalysis* 273, 156-166 (2010).



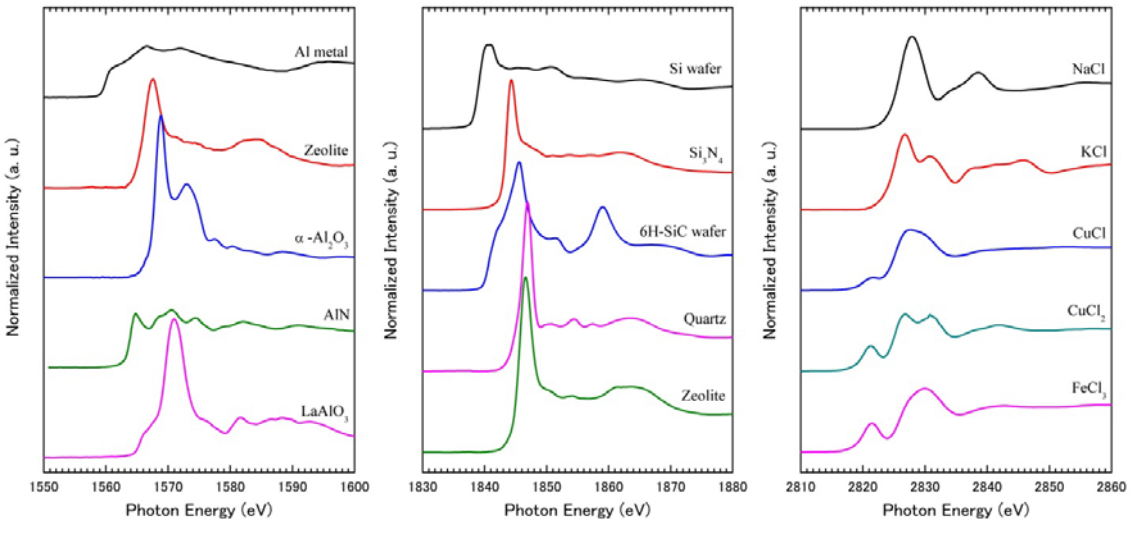


ガス中蒸発法で作製された Mg 超微粒子の Mg　K 端 XANES スペクトル.
S. Ogawa et al., *e-J. Surf. Sci. Nanotech.* **8**, 246-249, (2010).



充放電したリチウム電池硫化物電極の S K 吸収端 XAFS スペクトル.
T. Takeuchi et al., *J. Electrochem. Soc.* **157**, A1196-A1201, (2010).

Al K-XANES スペクトル　　Si K-XANES スペクトル　　Cl K-XANES スペクトル



◆近年の成果

[Paper]

[1] Norikazu Nishiyama, Masahiro Yamaguchi, Toru Katayama, Yuichiro Hirota, Manabu Miyamoto, Yasuyuki Egashira, Korekazu Ueyama, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Atsushi Mizusawa,Tsuneyuki Satoh :
"Hydrogen-permeable membranes composed of zeolite nano-blocks"
J. Membr. Sci., **306** (2007) pp. 349-354.

[2] Takashi Yamamoto, Shigehisa Mori, Toru Kawaguchi, Tsunehiro Tanaka, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, and Jun Kawai :
"Evidence of a Strained Pore Wall Structure in Mesoporous Silica FSM-16 Studied by X-ray Absorption Spectroscopy"
J. Phys. Chem. C **112** (2008) pp. 328-331.

[3] K Nakanishi, T Ohta :
"Verification of the FEFF simulations to K-edge XANES spectra of the third row elements"
J. Phys. Condens. Matter **21** (2009) pp. 104214-104219.

[4] Takashi Doi, Kazuyuki Kitamura, Koji Nakanishi, Kazuyuki Kahima, Takayuki Kamimura, Hideaki, Miyuki, Toshiaki Ohta and Masato Yamashita :
"Characterization of Rust Layers Formed on Al-Bearing Steels Exposed to Coastal Environments"
J. Japan Inst. Metals **74** (2010) pp. 10-18.

[5] Hirotaka Okamoto, Yoko Kumai, Yusuke Sugiyama, Takuya Mitsuoka, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Hiroshi Nozaki, Satoshi Yamaguchi, Soichi Shirai and Hideyuki Nakano :
"Silicon Nanosheets and Their Self-Assembled Regular Stacking Structure"
J. Am. Chem. Soc. **132** (2010) pp. 2710-2718.

[6] Yusuke Sugiyama, Hirotaka Okamoto, Takuya Mitsuoka, Takeshi Morikawa, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta and Hideyuki Nakano : "Synthesis and Optical Properties of Monolayer Organosilicon Nanosheets", *J. Am. Chem. Soc.* **132** (2010), pp. 5946-5947.

[7] Koji Nakanishi, Shinya Yagi, Toshiaki Ohta :
"XAFS Measurements under Atmospheric Pressure in the Soft X-ray Region"
AIP Conf. Proc. **1234** (2010) pp. 931-934.

[8] S. Ogawa, H. Niwa, T. Nomoto and S. Yagi :
"Fabrication and Characterization of Magnesium Nanoparticle by Gas Evaporation Method"
e-J. Surf. Sci. Nanotech. **8** (2010) pp. 246-249.

[9] Kazu Okumura, Takuya Tomiyama, Shizuyo Okuda, Hiroyuki Yoshida, Miki Niwa :
"Origin of the excellent catalytic activity of loaded on ultra-stable Y zeolites in Suzuki–Miyaura reactions"
J. Catalysis **273** (2010) pp. 156-166.

[10] Hiroshi Senoh, Tomonari Takeuchi, Hiroyuki Kageyama, Hikari Sakaebe, Masaru Yao, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Tetsuo Sakai, Kazuaki Yasuda :
"Electrochemical characteristics of aluminum sulfide for use in lithium secondary batteries"
J. Power Sources **195** (2010) pp. 8327–8330.

[11] Tomonari Takeuchi, Hiroyuki Kageyama, Koji Nakanishi, Mitsuharu Tabuchi, Hikari Sakaebe, Toshiaki Ohta, Hiroshi Senoh, Tetsuo Sakai, and Kuniaki Tatsumi :
"All-solid-state lithium secondary battery with Li_2S-C composite positive electrode prepared by spark-plasma-sintering process"
*J. Electrochem. Soc.***157** (2010) pp. A1196-A1201.

[12] Satoshi Ogawa, Hironori Niwa, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Shinya Yagi :
"NEXAFS Analysis of Mg Nanoparticles Oxidized in Atmosphere"
IEEJ Trans. EIS **130** (2010) pp. 1746-1750.

[13] Koji Nakanishi, Shinya Yagi, Toshiaki Ohta :
"Development of a XAFS Measurement System in the Soft X-ray Region for Various Sample Conditions"
IEEJ Trans. EIS **130** (2010) pp. 1762-1767.

[14] Hiroshi Senoh, Hiroyuki Kageyama, Tomonari Takeuchi, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Hikari Sakaebe, Masaru Yao, Tetsuo Sakai, Kazuaki Yasuda :
"Gallium (III) sulfide as an active material in lithium secondary batteries"
J. Power Sources 196, (2011) pp. 5631-5636.

[15] Seiji Yamazoe, Hou Kou, and Takahiro Wada :
"A structural study of Cu-In-Se compounds by X-ray absorption fine structure"
J. Matri. Res. **26**, (2011) pp. 1504-1516.

[16] H. Niwa, S. Ogawa, K. Nakanishi, G. Kutluk, T. Ohta and S. Yagi :
"Fabrication of Rh Nanoparticle and Adsorption Reaction with DMS Studied by NEXAFS and XPS"
J. Surf. Anal. **17** (2011) pp. 278-281.

[17] S. Ogawa, H. Niwa, K. Nakanishi, T. Ohta and S. Yagi :
"Influence of CO_2 and H_2O on Air Oxidation of Mg Nanoparticles Studied by NEXAFS"
J. Surf. Anal. **17** (2011) pp. 319-323.

[18] 竹内友成、妹尾博、蔭山博之、中西康次、太田俊明:
"S K 端 XAFS 測定による次世代リチウム二次電池▯硫化物電極材料の充放電機構の評価"
NanotechJapan Bulletin **4**, (2011) pp.31-1 – 31-6.
"https://nanonet.go.jp/ntjb_pdf/F26-31.pdf"

[19] S. Ogawa, S. Murakami, K. Shirai, K. Nakanishi, C. Tsukada, T. Ohta, and S. Yagi:
"Size Dependence of Air Oxidation for Mg Nanoparticle"
e-J. Surf. Sci. Nanotech. **9**, (2011) pp. 315-321.

[20] S. Murakami, S. Ogawa, K. Shirai, C. Tsukada, S. Yagi, K. Nakanishi, and T. Ohta:
"The Spectroscopic Study on the Chemical State at Pd/Mg Interface"
e-J. Surf. Sci. Nanotech. **9**, (2011) pp. 438-441.

[21] T. Takeuchi, H. Kageyama, K. Nakanishi, Y. Inada, M. Katayama, T. Ohta, H. Senoh, H. Sakaebe, T. Sakai, K. Tatsumi,and H. Kobayashi:
"Improvement of cycle capability of FeS_2 positive electrode by forming composites with Li_2S for ambient temperature lithium batteries"
J. Electrochem. Soc. **159**, (2012) pp. A75-A84.

[22] Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta:
"Improvement of the Detection System in the Soft X-ray Absorption Spectroscopy"
Surf. Interface Anal., **44**, (2012) pp.784-788.

[23] Naoyuki Ueno, Kouji Nakanishi, Toshiaki Ohta, Yasuyuki Egashira, Norikazu Nishiyama:
"Low-temperature synthesis of ZnO nanorods using organic–inorganic composite as a seed layer"
Thin Solid Films, **520**, (2012) pp. 4291-4296.

[24] Hideyuki Nakano, Mitsuru Nakano, Koji Nakanishi, Daiki Tanaka, Yusuke Sugiyama, Takashi Ikuno, Hirotaka Okamoto, and Toshiaki Ohta:
"Preparation of Alkyl-modified Silicon Nanosheets By Hydrosilylation of Layered Polysilane (Si_6H_6)"
J. Am. Chem. Soc., **134**, (2012) pp. 5452-5455.

[25] Yasuhiro Abe, Shintaro Osada, Shohei Fukamizu, Yusuke Oda, Takashi Minemoto, Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta, and Hideyuki Takakura:
"Transfer of $CuInS_2$ thin film by lift-off process and application to superstrate-type thin-fillm solar cells"
Thin Solid Films, **520**, (2012) pp. 5640-5643.

[26] Yasuhiro Abe, Arata Komatsu, Hiroshi Nohira, Koji Nakanishi, Takashi Minemoto, Toshiaki Ohta, Hideyuki Takakura:
"Interfacial layer formation at ZnO/CdS interface"
Appl. Surf. Sci., **258**, (2012) pp. 8090-8093.

[27] S. Ogawa, T. Mizutani, M. Ogawa, C. Yogi, T. Ohta, T. Yoshida, S. Yagi:
"IN-SITU MG K- AND PD L3-EDGES NEXAFS INVESTIGATION OF MG-PD NANOPARTICLES"
Confer. Proc. NANOCON 2012, ISBN 978-80-87294-32-1, (2012) pp. 274-279.

[28] Feng Gao, Seiji Yamazoe, Tsuyoshi Maeda, Koji Nakanishi, and Takahiro Wada:
"Structural and Optical Properties of In-Free $Cu_2ZnSn(S,Se)_4$ Solar Cell Materials"
Japanese Journal of Applied Physics, **51**, (2012) pp. 10NC29.

[29] Takayuki Kibata, Takato Mitsudome, Tomoo Mizugaki, Koichiro Jitsukawa, Kiyotomi Kaneda:
"Investigation of Size-dependent Properties of Sub-nanometer Palladium Clusters Encapsulated within a Polyamine Dendrimer"
Chem. Commun., **49**, (2013) pp. 167-169.

[30] 竹内友成, 蔭山博之, 中西康次, 太田俊明, 作田敦, 栄部比夏里, 妹尾博, 境哲男, 辰巳国昭, 小林弘典, 小久見善八:
"Li_2S-FeS_2 複合体の作製とその充放電特性"
J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy, **60**, (2013) pp. 13.

[31] Satoshi Asaoka, Hideo Okamura, Ryosuke Morisawa, Hiroshi Murakami, Keiichi Fukushi, Toshihiro Okajima, Misaki Katayama, Yasuhiro Inada, Chihiro Yogi, Toshiaki Ohta:
"Removal of hydrogen sulfide using carbonated steel slag"
Chem. Eng. J., **228**, (2013) pp. 843-849.

[32] Takashi Yamamoto, Tomoyuki Kudo, Tomohiro Yamamoto, Jun Kawai:
"Analysis of coordination environment of aluminum species in zeolites and amorphous silica-alumina by X-ray absorption and emission spectroscopy"
Microporous and Mesoporous Materials, **182**, (2013) pp. 239-243.

[Book]

[1] 竹内友成、蔭山博之、中西康次、田渕光春、栄部比夏里、太田俊明、妹尾博、境哲男、辰巳国昭、小林弘典:
"全固体通電焼結を用いた全固体電池の構築"
電池開発の最前線、シーエムシー出版、2011 年、ISBN: 978−4−7813−0478−6

[2] Koji Nakanishi, Toshiaki Ohta:
"XAFS Measurement System in the Soft X-ray Region for Various Sample Conditions and Multipurpose Measurements"
Advanced Topics in Measurements, InTech, Croatia, pp. 43-60, (2012), ISBN : 979-953-307-479-4.
"http://www.intechopen.com/books/advanced-topics-in-measurements"

[3] Kiyotomi Kaneda, Tomoo Mizugaki:
"Dendritic Nanocatalysts"
Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, third edition, CRC Press, 2013, in press.

[Prize]

[1] 名古屋大学大学院工学研究科 (八木研究室) の修士 2 回生 小川智史君が第 13 回 XAFS 討論会にて BL-10 を利用した成果を発表し、学生奨励賞を受賞されました。


The 13th XAFS Meeting of Japan
第13回 XAFS 討論会
2013年9月4-6日, 立命館大学

Student Award
学生奨励賞

名古屋大学大学院工学研究科
小川智史 殿

貴殿は、第13回XAFS討論会において、優れた研究発表を行い、XAFS分光法に関連する科学技術の発展に寄与しました。これを賞し、ここに学生奨励賞を授与します。

平成22年9月5日

The Chair of The Japan XAFS Society
日本XAFS研究会 会長
朝倉清高

Prof. Kiyotaka Asakura
朝倉 清高

小川智史[1]、中西康次[2]、丹羽悠登[1]、村上峻介[1]、太田俊明[2]、八木伸也[1]
[1]名古屋大学工学研究科、[2]立命館大学 SR センター

「Mg K 吸収端 NEXAFS を用いた Mg ナノ粒子の大気酸化過程分析」

[2] 京都大学大学院人間・環境学研究科（内本研究室）の博士 1 回生森拓弥君が The International Conference on Solid State Ionics (SSI-19) にて BL-10 を利用した成果を発表し、Best Poster 賞を受賞されました。


The 19th International Conference on Solid State Ionics
June 2 – 7, 2013, Kyoto, Japan
SSI 19

Best Poster Award

The poster entitled "Reaction mechanism of FeS_2 positive electrode for aluminum secondary battery"

by Takuya Mori, Yuki Orikasa, Koji Nakanishi, Taketoshi Minato, Toshiaki Ohta, Yoshiharu Uchimoto

has been selected as the best poster presented in the 19th International Conference on Solid State Ionics.

Joachim Maier
Chair, the Poster Award Committee

Junichiro Mizusaki
Chair, the 19th International Conference on Solid State Ionics

Takuya Mori[1], Yuki Orikasa[1], Koji Nakanishi[2], Taketoshi Minato[2], Toshiaki Ohta[3] and Yoshiharu Uchimoto[1]

[1] Graduate School of Human and Environmental Studies, Kyoto University, Sakyoku, Kyoto, 606-8501, Japan
[2] Office of Society-Academic Collaboration for Innovation, Kyoto University, Uji, Kyoto, 611-0011 Japan
[3] Ritsumeikan University Synchrotron Radiation Center, Kusatsu, Shiga, 525-8577, Japan

「Reaction mechanism of FeS_2 positive electrode for aluminum secondary battery」