

田渕 雅夫(XAFS)・奥田 浩司一石毛 亮平(SAXS)・岡本 芳浩(原子力基盤)

XAFS

•SX,HX利用により、同時、同空間の現象を異なる元素から 見ることが可能になる。

材料の機能発現を動作環境下で観察する = 不均一に生じる反応部位の観察



M. Katayama, et al., Journal of Power Sources, 269, 994 (2014). M. Katayama, et al., Journal of Synchrotron Radiation, 22, 1227 (2015).



Y. Inoue, et al., ACS Catalysis, 6(11), 7577 (2016).

Correlation = simultaneous measurement



Ni2P with two colors.

- 2 colors:
- Ni K-edge
- P K and S K edges
- S(Thiophene), S(THT)
- S-Ni • Ni(OH)2 $\Xi_{1} = \int_{1}^{2} \int_{0}^{1} \frac{\text{Ni(OH)2}}{\text{Ni2P}}$

• Time-resolved XANES stueis will be enourng for Kinetic



nce/Experiments/XNP/ID21/php.html





Subsurface oxygen on Pt (100)

H. H. Rotermund, J. Lauterbach, G. Haas, *Applied Physics A Solids and Surfaces* **1993**, **57**, **507-511 10.1007/bf00331749**. J. Lauterbach, K. Asakura, H. H. Rotermund, *Surface Science* **1994**, **313**, **52-63** https://doi.org/10.1016/0039-6028(94)91156-8.





マイクロビーム(同時測定)の必要性 ※現在はキャピラリーレンズで対応

(1)対象とする燃料デブリは、ミクロン単位で相状態が異なる

⇒ XAFSが不得意とする多相系である。

(2)マクロサイズビームによる分析では、平均化された情報をもたらす。

⇒ 平均化された情報では不十分なことがある。



U-Zr-Fe-O系模擬デブリのSEM

燃料デブリの基本組成である UO₂-ZrO₂系は分相しやすく、 局所的にU/Zr比が大きく異な る相が入り乱れている。

分相の程度等は、冷却速度 や他の元素(Ca、Si)の影響に よって大きく変化する。

まとめ:考えられる測定パターン

(1)マイクロビームを利用した硬軟同時XAFS測定
①ウランのL端及びM端の同一視野・同時測定
②ウランのL端及び軽元素のK端の同一視野・同時測定

(2)マイクロビームを利用したXRD及び軟X線XAFS同時測定
①燃料デブリのXRD及びウランM端XAFS測定
※R5年度に、μXAFS/XRD/XRF同時測定を実施計画中(下図)



(3)これまで実施してきたマクロサイズビームによるイメージングXAFS について維持するべき

SAXS

- 2ビーム(SX&HX)開発BLに関連した研究提案 SAXS ユーザーグループ 2022.12.4
 - A.軟X線(SX)とHardXの組み合わせによる新たな展開:
 - (1) SXでの官能基分別ASAXS(ケミカルシフトASAXS)+HXでの(回折+SAXS)による 結晶構造+ナノ構造評価
 - ・SX-有機材料の官能基分別SAXS:HX-ナノ構造~分子(結晶)構造





・表面敏感なUSAXS-SAXS-WAXD同時計測の可能性

SX-Tender連携 膜表面/液面表面などで の化学シフトASAXS/TenderASAXS連携計測 (CとP,SのASAXS/AUSAXS)





垂直配向制御法

→小まとめ

・小角散乱グループとして展開を期待している方向性

1. SXでの化学シフト(特にC)の利用によるASAXSと(HXでの結晶構 造解析またはnmスケールの不均一性)の同時評価による官能基識 別構造解析

2. 複数波長による同一試料同時測定をつかった

- 複数深さ同時構造評価

- USAXS-SAXS-WAXD時分割同時広階層構造計測(表面敏感測 定):UndulatorであればSpeckle解析も可能か。

 3. 投影またはトモグラフィー(TX,HX)によるマクロ不均一性評価と 同時にSXでのケミカルシフト敏感ASAXS/XAFS

Two photons

1. One + One Photons

- 1. One-time phenomenon and/or temporarily and spatially inhomogeneous system with two different wave lengths or the combination of different methods(Diffraction + Absorption,One photon+One positron) "Simultaneous", Depth Resolution
- 2. Operando Experiments, Time-resolved Experiments. Microbeam experiment