XAFS 標準試料データベース

公益財団法人高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 産業利用・産学連携推進室 大渕 博宣 公益財団法人高輝度光科学研究センター 情報処理推進室 松本 崇博

Abstract

XAFS 標準試料データベースは、SPring-8 BL14B2 にて測定した標準試料の XAFS スペクトルデータを測定 条件、試料情報と共に系統的に整理して提供するデータベースである。XAFS 標準試料データベース上のデータ は一般公開されており、SPring-8 所内外のパソコンのブラウザからダウンロードできる。 データベースに登録さ れた XAFS スペクトルを活用することで XAFS 測定やデータ解析の効率化が期待できる。現在までに XAFS 標 準試料データベースには、34 元素、667 試料の XAFS スペクトルデータを収録している(2021 年 3 月 26 日現 在)。XAFS 標準試料データベースは、様々な実験データを実験条件などのメタデータを含めて管理蓄積できる SPring-8 実験データ転送システム BENTEN を利用している。

1. はじめに

JASRI ユーザー支援活動の一環として、SPring-8 BL14B2 にて測定した標準試料の XAFS スペクトル データを収集し、系統的に整理して提供する XAFS 標 準試料データベースを構築した。結晶構造が既知であ る標準試料の XAFS スペクトルを比較・参照すること で、構造が未知である試料の XAFS スペクトルを解析 することがよく行われている。しかしながら、BL14B2 を利用する全てのユーザーが適切な標準試料を準備 できるとは限らない。また、準備できたとしても試料 の調製、測定に時間を要するため限られたビームタイ ム内での手間となることが多い。このため、数多くの 標準試料の XAFS スペクトルデータを登録したデー タベースを構築することで、BL14B2にてXAFS測定

を行うユーザーがビームタイム毎に複数の標準試料 を準備・測定する必要がなくなり、測定時間の短縮化 に繋げることが期待できる。また、未知試料のXAFS スペクトルデータを測定して直ぐに指紋的に評価す ることができ、データの迅速な分析に有効である。

本データベースには、BL14B2 で測定した様々な標 準試料の XAFS スペクトルデータ、測定条件、試料情 報を収録している。本データベース上のデータは、 SPring-8 所内外のパソコンのブラウザから閲覧及びダ ウンロードが可能である。これまでに本データベース には、34 元素、667 試料、1488 スペクトルの XAFS ス ペクトルデータが収録されている(図1、2021年3月 26 日現在)。本データベースは、情報処理推進室により 開発された実験データ転送システム BENTEN^{||}を用い、

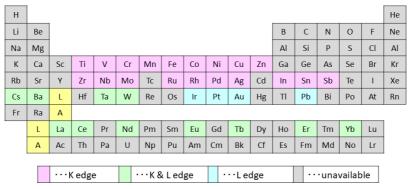


図 1 データベースに登録されている元素(2021 年 3 月 26 日現在)

2019 年 3 月から一般公開を開始した。本データベースは、SPring-8 User Information Web サイト²²にユーザー登録している人であれば、User Information と同じアカウント(ユーザーカード番号)を用いて誰でも利用可能である。

2. 試料準備及び測定条件

本データベースに登録した標準試料はいずれも市 販で純度や組成などの情報が分かる試薬を用いた。粉 末、塊状の標準試料は XAFS 測定に適した吸収係数と なる分量を秤量した後、窒化ホウ素とよく粉砕・混合 してペレット化したものを用いた。試料の粉砕・混合 は最低で20分、粒径の大きい試料や金属試料のよう に不均一になりやすいものについては 1~2 時間程度 行った。箔状の試料については適切な吸収係数となる 厚さのものを測定に使用した。潮解性や吸湿性など、 大気雰囲気で不安定な試料はグローブボックス内 (酸 素濃度及び水分値:1 ppm 以下)で試料を調製し、ガ スバリア袋またはアルミラミネート袋で封入した上 で測定を行った。XAFS 測定は全て BL14B2 におい て、quick scan での透過法にて行った。XAFS 測定の 対象とした測定吸収端は BL14B2 にて測定可能なエ ネルギー範囲 (Si(111):4.0~34.0 keV、Si(311):7.3 ~70.0 keV) にあるものとした。

測定により得られた XAFS スペクトルは他の試料や過去の文献報告と比較し、スペクトル形状に問題があるものについてはデータベースへの登録は行わず、試料の再調整及び再測定を行った。一例として、 $CuCl_2$ 及び $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ の XANES スペクトルを図 2 に示す。 $CuCl_2$ 及び $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ はいずれもメーカーから購入時は Ar ガス封入されていたためグローブボック

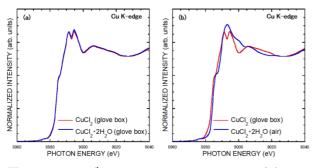


図 2 $CuCl_2$ 及び $CICl_2 \cdot 2H_2O$ の XANES スペクトル。 (a) いずれもグローブボックス内で調整、(b) $CuCl_2$ は グローブボックス内、 $CICl_2 \cdot 2H_2O$ は大気中で調整。

ス内で試料調整を行った。しかしながら、図 2(a)のように両者の XANES スペクトルにほとんど違いが見られず、CuCl₂・2H₂O スペクトルは過去に報告されたものと異なるものであった^図。CuCl₂・2H₂O は乾いた空気中で風解する性質があるため^図、グローブボックス内での試料調整中に風解して CuCl₂ に変化したものと考えられる。このため、CuCl₂・2H₂O はグローブボックス内で秤量した後、大気中にて粉砕・攪拌してペレット化したものに対し XAFS 測定を行ったところ、図 2(b)に示すように CuCl₂とは異なる XANES スペクトルが得られた。この XANES スペクトルは過去の文献報告とスペクトル形状が一致したため、このスペクトルデータを CuCl₂・2H₂O のものと判断しデータベースに登録した。

3. XAFS 標準試料データベース

SPring-8 産業利用・産学連携推進室ホームページ内の BL14B2 XAFS 標準試料データベース (BENTEN版)のWebサイト^⑤から接続することができる(図3)。本サイトには XAFS 標準試料データベースの利用方法、登録試料、注意事項などの情報が記載されている。

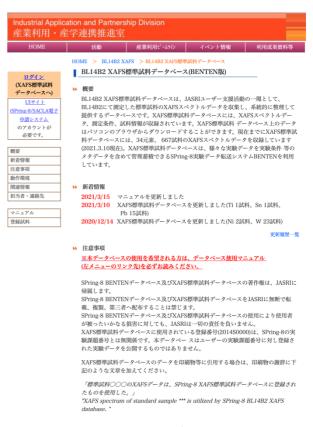


図3 BL14B2 XAFS 標準試料データベース Web サイト

Login	
1ーザー名:	
パスワード:	
Login	
NTEN SYSTEM:Copyright (C) 2019 JASR	RI All Rights Reserved.
	・利用に関してはSPring-d BENTENデータベ ースエーザーマニュアルを参照へださい。 - BENT EN SYSTEM (はCookine や明してい ことのというのでは、1971年 (1971年) - Cookinの使用目的は利用者のログイン認定と CSRF対象。(フェブインらお様件 附近の
	-スユーザーマニュアルを参照ください。BENTEN SYSTEMではCookieを利用しています。
	 スユーザーマニュアルを参照ください。 BENTEN SYSTEMではCookieを利用しています。 Cookieの使用目的は利用者のログイン認証とCSRF対策、ウェブサイトの利便性用途のみ
	 スユーザーマニュアルを参照ください。 BENTEN SYSTEMではCookieを利用しています。 Cookieの使用目的は利用者のログイン認証とCSRF対策、ウェブサイトの利便性用途のみ

図4 BENTEN トップページ画面

コグインを完了するためにはメールアドレスによる認証が必要です。		
F記ボタンを押すとUIサイトに登録されたメールアドレスに認証のメールを送信いたします。		
メールアドレス: ofurtht@sfrfnf8fof.fp		
× メールアドレスは一部非表示としております。		
SPring-8/SACLA User Informationログインページ		
o finish the login process, email authentication is also required.		
after you push the button below, an email will be sent for the authentication with the following a	ddress.	
mail: o*u*h*@s*r*n*8*o*.*p		
The email is partially hidden.		
SPring-8/SACLA User Information Login page		
マヘ進む(メール送信) / Send Email 戻る / Back to home		

図5 メールアドレス認証(二要素認証)に関する画面



図6 BENTEN 認証に関するメール

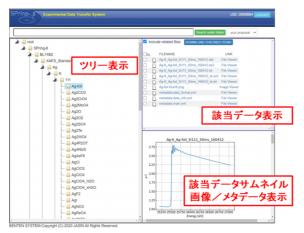


図7 XAFS標準試料データベース閲覧画面

本サイト左上のログイン情報をクリックすると BENTEN トップページ (図 4) が表示される。User Information のアカウント(ユーザーカート番号)及 びパスワードを入力することでログインすることがで きる。正常にログインが行われると、メールアドレス 認証 (二要素認証) に関する画面 (図5) が表示される ので、「次へ進む(メール送信)/Send Email」ボタン を押すと User Information サイトに登録されたメー ルアドレスに BENTEN 認証に関するメールが送信さ れる(図6)。メールに記載されたリンクをクリックし、 BENTEN 利用の承認手続きを進めると XAFS 標準試料 データベース内の閲覧画面が表示される(図7)。閲覧 画面は画面左部の「ツリー表示」、右上側の「該当デー タ表示」、右下側の「該当データサムネイル画像/メタ データ表示」により構成される。ツリー表示は吸収元 素、吸収端、結晶面、標準試料名の順でフォルダが階層 化されており、該当データ欄にツリー表示で選択され た一段下のフォルダに関する情報が表示される。データ ベースには3種類の実験データ(拡張子:dat,ex3、txt)、 及び実験データの詳細に関するメタデータ情報(図8) が登録されている。実験データのファイル形式は、

図8 実験データの詳細情報 (Cu-foil、Visual studio Code にて表示)

拡張子 dat が 9809 フォーマット、ex3 が XAFS 解析 ソフト REX2000[©]で読み込み可能、txt が XAFS 解析 ソフト Athena[™]で読み込み可能なものに対応する。実 験データ及びメタデータ情報は zip 形式で圧縮された 状態でブラウザからダウンロードすることができる。

謝辞

XAFS 標準試料データベースの開発にあたり、産業利用・産学連携推進室の本間徹生氏、佐藤眞直氏、廣沢一郎氏(現 九州シンクロトロン光研究センター)、情報処理推進室の平岡裕二氏、横田滋氏(現 放射光利用研究基盤センター)、松下智裕氏、中田健吾氏には多大なるご支援・ご助力を頂いた。個々に感謝の意を表す。 XAFS 標準試料データベースに登録された XAFS スペクトルデータの測定はインハウス課題 2018B2054、2019A2053、2019B2088、2020A2042、2020A2150 に基づいて行った。

参考文献

- [1] T. Matsumoto, K. Nakata, T. Matsushita, S. Yokota, Y. Furukawa, A. Yamashita and M. Kodera: *AIP Conf. Proc.* **2054** (2019) 060076.
- [2] https://user.spring8.or.jp/
- [3] R.A. Bair and W.A. Goddard III: *Phys. Rev. B* 22 (1980) 2767.
- [4] https://www.kojundo.co.jp/dcms_media/other/CUH13XAG.pdf
- [5] http://support.spring8.or.jp/xafs/standardDB_02/standardDB.html
- [6] T. Taguchi, T. Ozawa and H. Yashiro: *Physica Scripta* 2005 (2005) 205.
- [7] B. Ravel and M. Newville: J. Sync. Rad. 12 (2005) 537.

大渕 博宣 OFUCHI Hironori

(公財) 高輝度光科学研究センター 放射光利用研究基盤センター 産業利用・産学連携推進室 〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1

TEL: 0791-58-0924

e-mail: ofuchi@spring8.or.jp

松本 崇博 MATSUMOTO Takahiro

(公財) 高輝度光科学研究センター 情報処理推進室 〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1

TEL: 0791-58-0980 ext 3270 e-mail: matumot@spring8.or.jp