

# BL5S1 *in-situ* XAFS 測定用石英加熱ガスフローセル 昇温試験結果

## 概要

*in-situ* XAFS 測定用石英加熱ガスフローセルを用いて高温条件下で XAFS 測定を行う際、温調用熱電対は試料とは直に接触していないため、データとして得られた温度と実際の試料の温度には差があります。本資料には、センサーポート付フランジを用いて試料に熱電対を直に接触させて昇温実験を行い、得られた温度測定結果が記載されています。実験データの温度補正の参考資料としてお使いください。

## 内容

実験 .....	2
<i>in-situ</i> 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル H <sub>2</sub> .....	3
<i>in-situ</i> 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル He.....	5
<i>in-situ</i> 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル N <sub>2</sub> .....	7
<i>in-situ</i> 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル synthetic air.....	9
<i>in-situ</i> 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル H <sub>2</sub> .....	11
<i>in-situ</i> 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル He.....	13
<i>in-situ</i> 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル N <sub>2</sub> .....	15
<i>in-situ</i> 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル synthetic air.....	17

各項目をクリックすると、該当のページにジャンプします。

## 実験

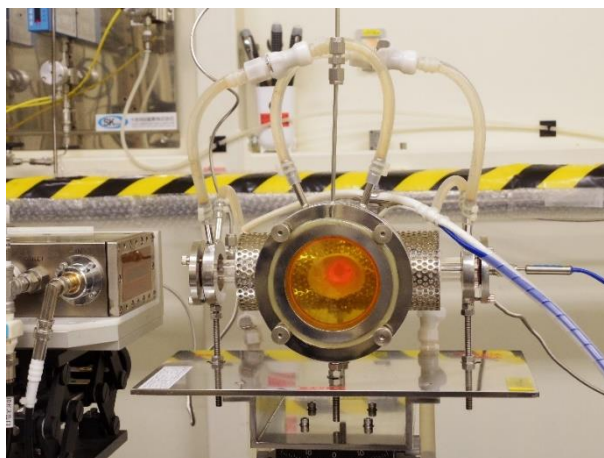


図 1. 測温実験時の石英セル

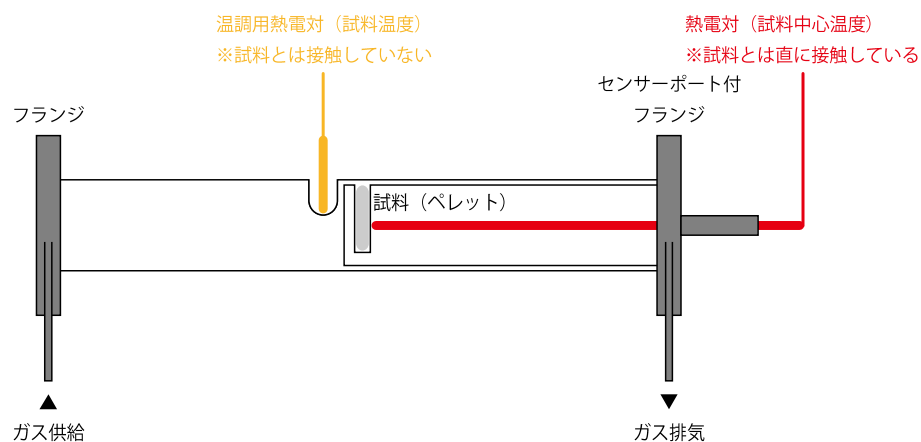


図 2. セル内の熱電対配置模式図

使用熱電対：T-35 型シース熱電対 (K タイプ)

使用温調器：シマデン 卓上型温度調節装置 DSS-FP23

フランジの冷却水量：12 L/min (アズワン 冷却水循環装置 LTC-450a)

セル内に  $\phi 10$  mm・厚さ 1 mm の窒化ホウ素ペレットを試料としてセットしたサンプルホルダーを挿入し、図 2 のように試料に熱電対の先端を接触させた状態で、各種実験ガスを流通させながら石英セルの昇温実験を行った。

温度の記録は、設定温度 (SV)、温調用熱電対の温度 (試料温度\_PV)、試料に接触させた熱電対の温度 (試料中心温度\_PV) について行った。

温調器による温度制御は、温調用熱電対を使用して行った。

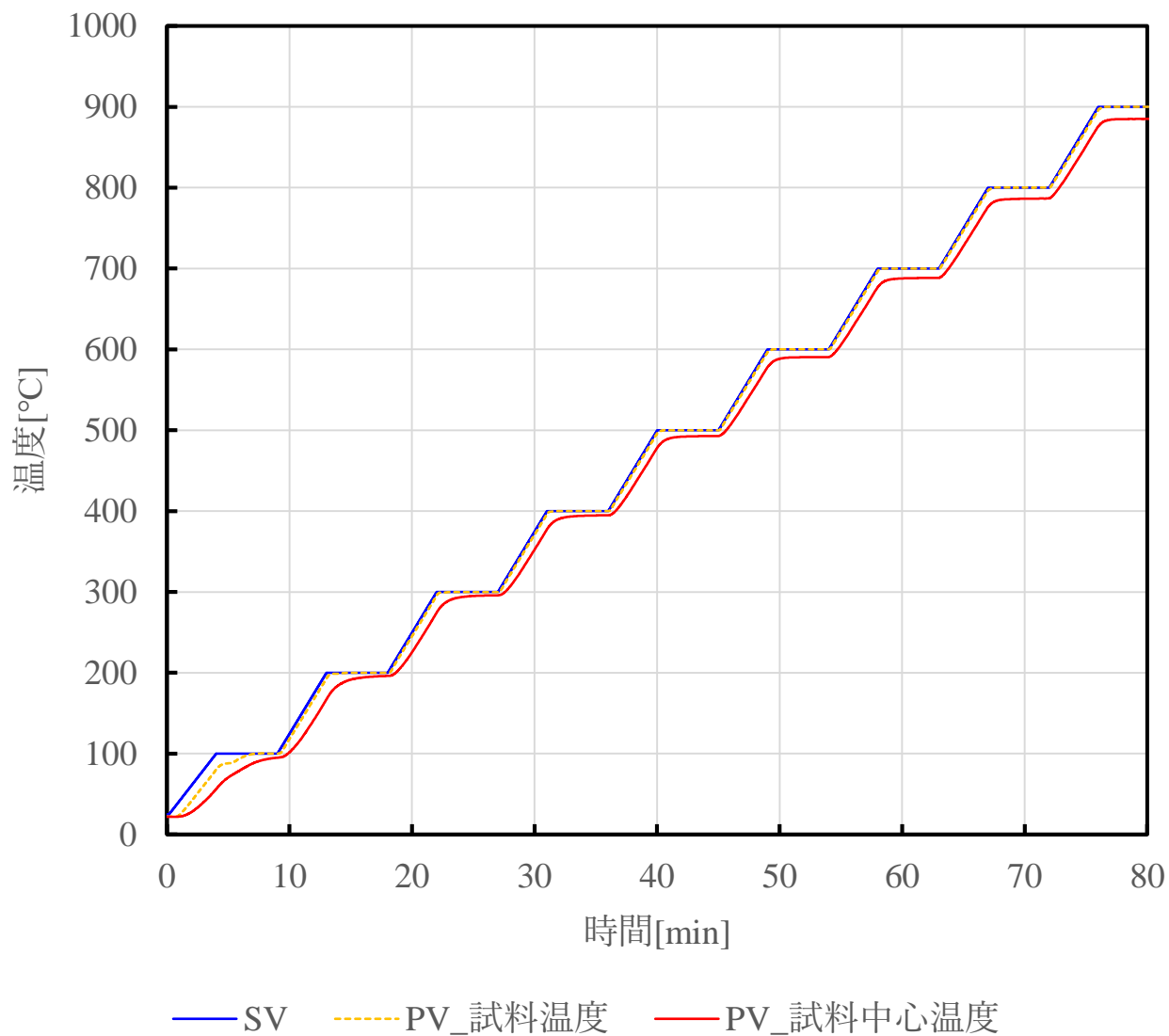
in-situ 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル H<sub>2</sub>

測定実施日：2019 年 1 月 7 日

室温：24 °C 湿度：17%

使用ガス：H<sub>2</sub> (100 mL/min)

昇温条件：25 °C/min, 各温度で 5 min 保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	22	22	0
100 °C 到達時	100	80	56	4
100 °C 1 min 保持後	100	88	71	5
100 °C 5 min 保持後	100	100	95	9
200 °C 到達時	200	193	167	13
200 °C 1 min 保持後	200	199	185	14
200 °C 5 min 保持後	200	200	196	18
300 °C 到達時	300	296	274	22
300 °C 1 min 保持後	300	300	289	23
300 °C 5 min 保持後	300	300	296	27
400 °C 到達時	400	396	377	31
400 °C 1 min 保持後	400	400	390	32
400 °C 5 min 保持後	400	400	395	36
500 °C 到達時	500	496	478	40
500 °C 1 min 保持後	500	500	490	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	493	45
600 °C 到達時	600	597	578	49
600 °C 1 min 保持後	600	600	589	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	591	54
700 °C 到達時	700	697	677	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	686	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	688	63
800 °C 到達時	800	797	776	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	785	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	787	72
900 °C 到達時	900	896	876	76
900 °C 1 min 保持後	900	900	884	77
900 °C 4 min 保持後	900	900	885	80

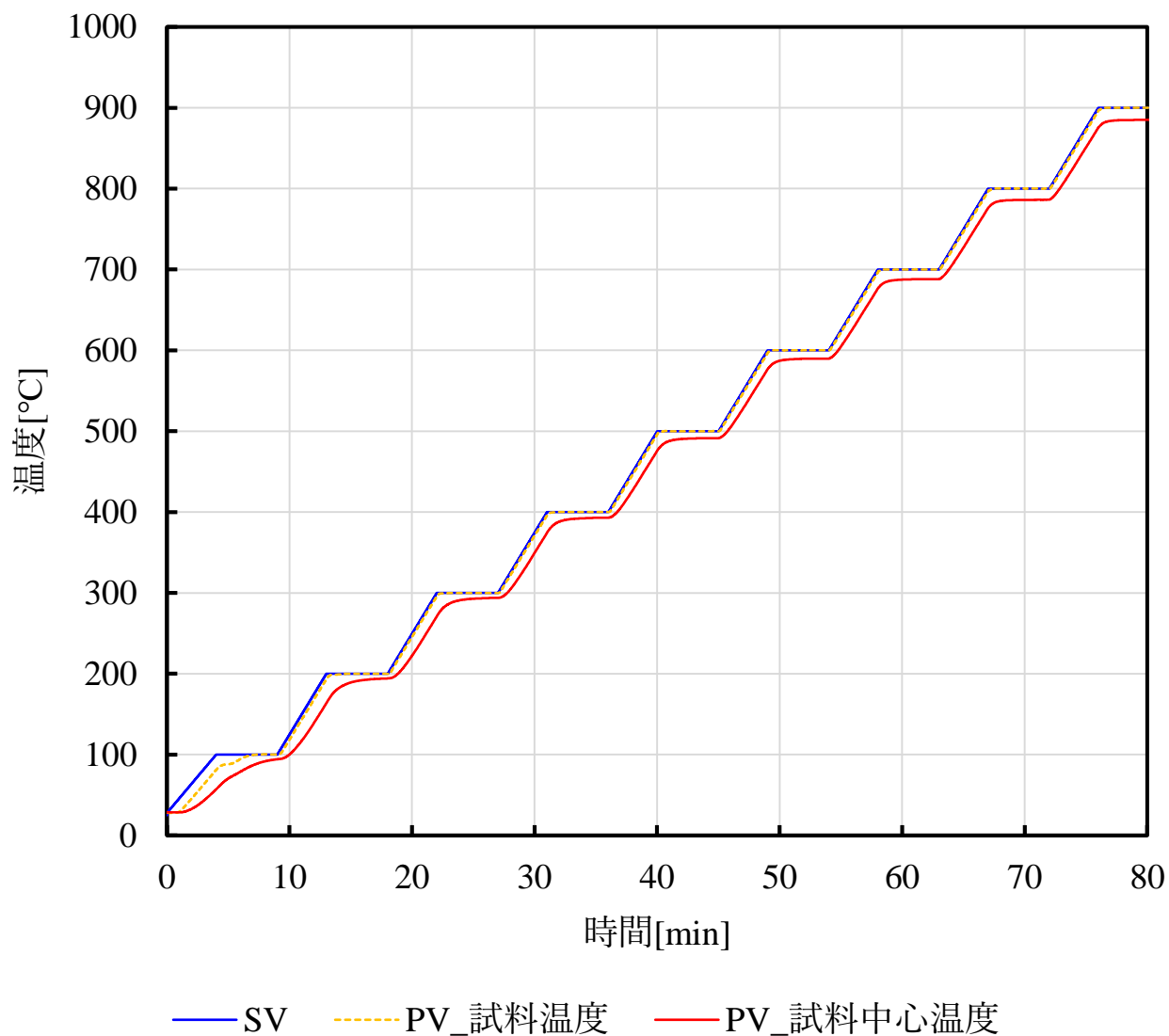
in-situ 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル He

測定実施日：2019 年 1 月 7 日

室温：24 °C 湿度：17%

使用ガス：He (100 mL/min)

昇温条件：25 °C/min, 各温度で 5 min 保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	28	29	0
100 °C 到達時	99	81	57	4
100 °C 1 min 保持後	100	88	70	5
100 °C 5 min 保持後	100	100	94	9
200 °C 到達時	200	193	163	13
200 °C 1 min 保持後	200	199	182	14
200 °C 5 min 保持後	200	200	194	18
300 °C 到達時	299	295	271	22
300 °C 1 min 保持後	300	300	286	23
300 °C 5 min 保持後	300	300	294	27
400 °C 到達時	399	395	374	31
400 °C 1 min 保持後	400	400	388	32
400 °C 5 min 保持後	400	400	393	36
500 °C 到達時	499	496	476	40
500 °C 1 min 保持後	500	500	488	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	492	45
600 °C 到達時	599	596	576	49
600 °C 1 min 保持後	600	600	587	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	590	54
700 °C 到達時	699	696	676	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	686	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	688	63
800 °C 到達時	799	796	776	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	785	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	786	72
900 °C 到達時	899	896	875	76
900 °C 1 min 保持後	900	900	884	77
900 °C 4 min 保持後	900	900	885	80

*in-situ* 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル N<sub>2</sub>

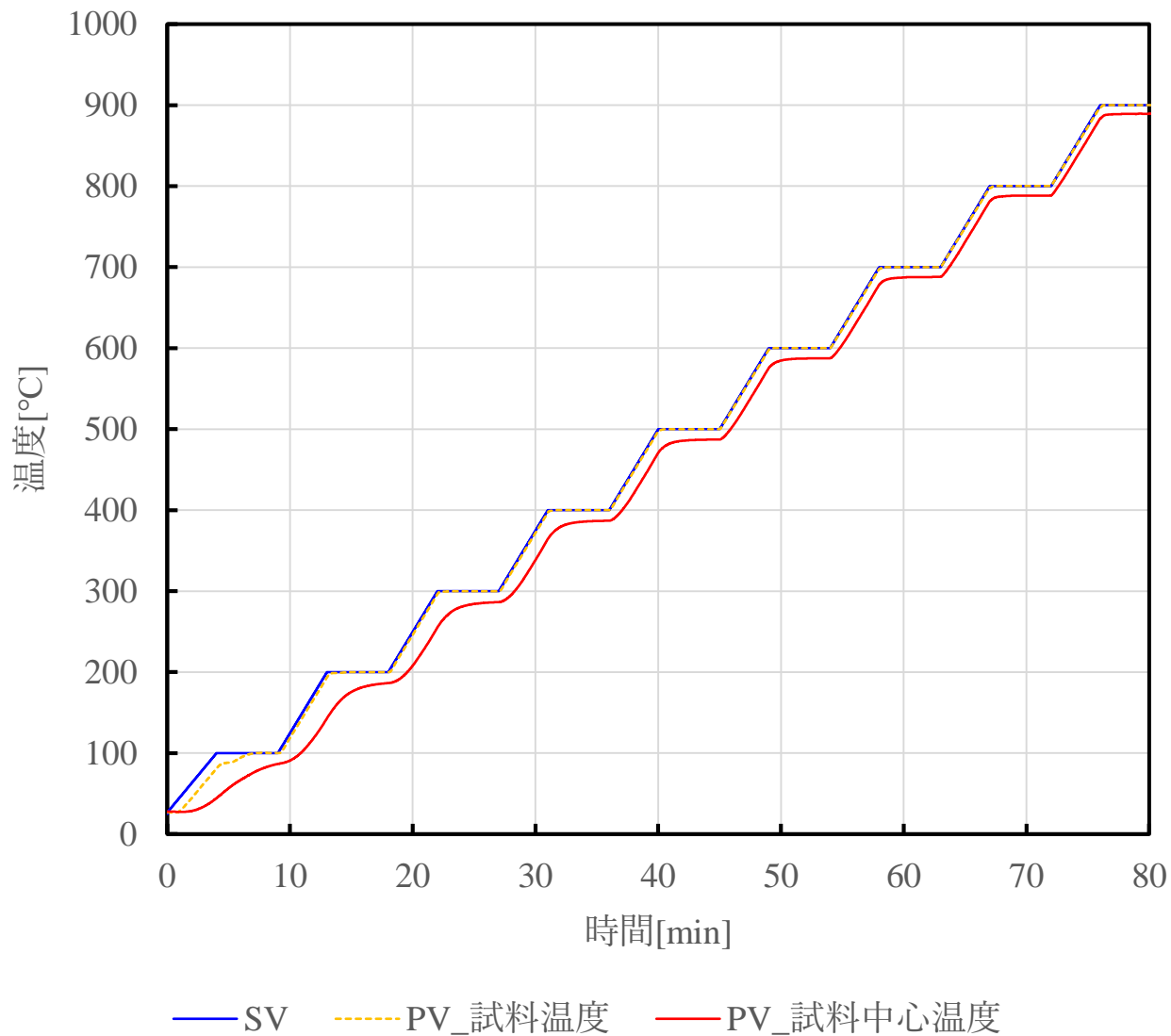
*in-situ* 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル N<sub>2</sub>

測定実施日：2019年1月7日

室温：24℃ 湿度：17%

使用ガス：N<sub>2</sub> (100 mL/min)

昇温条件：25℃/min, 各温度で5min保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	27	28	0
100 °C 到達時	100	81	44	4
100 °C 1 min 保持後	100	88	57	5
100 °C 5 min 保持後	100	100	87	9
200 °C 到達時	200	193	143	13
200 °C 1 min 保持後	200	199	163	14
200 °C 5 min 保持後	200	200	187	18
300 °C 到達時	300	296	255	22
300 °C 1 min 保持後	300	300	273	23
300 °C 5 min 保持後	300	300	287	27
400 °C 到達時	400	397	364	31
400 °C 1 min 保持後	400	400	379	32
400 °C 5 min 保持後	400	400	387	36
500 °C 到達時	500	497	471	40
500 °C 1 min 保持後	500	500	483	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	487	45
600 °C 到達時	600	598	576	49
600 °C 1 min 保持後	600	600	585	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	588	54
700 °C 到達時	700	698	678	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	686	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	688	63
800 °C 到達時	800	798	781	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	787	68
800 °C 5 min 保持後	800	801	789	72
900 °C 到達時	900	897	883	76
900 °C 1 min 保持後	900	900	889	77
900 °C 4 min 保持後	900	900	889	80



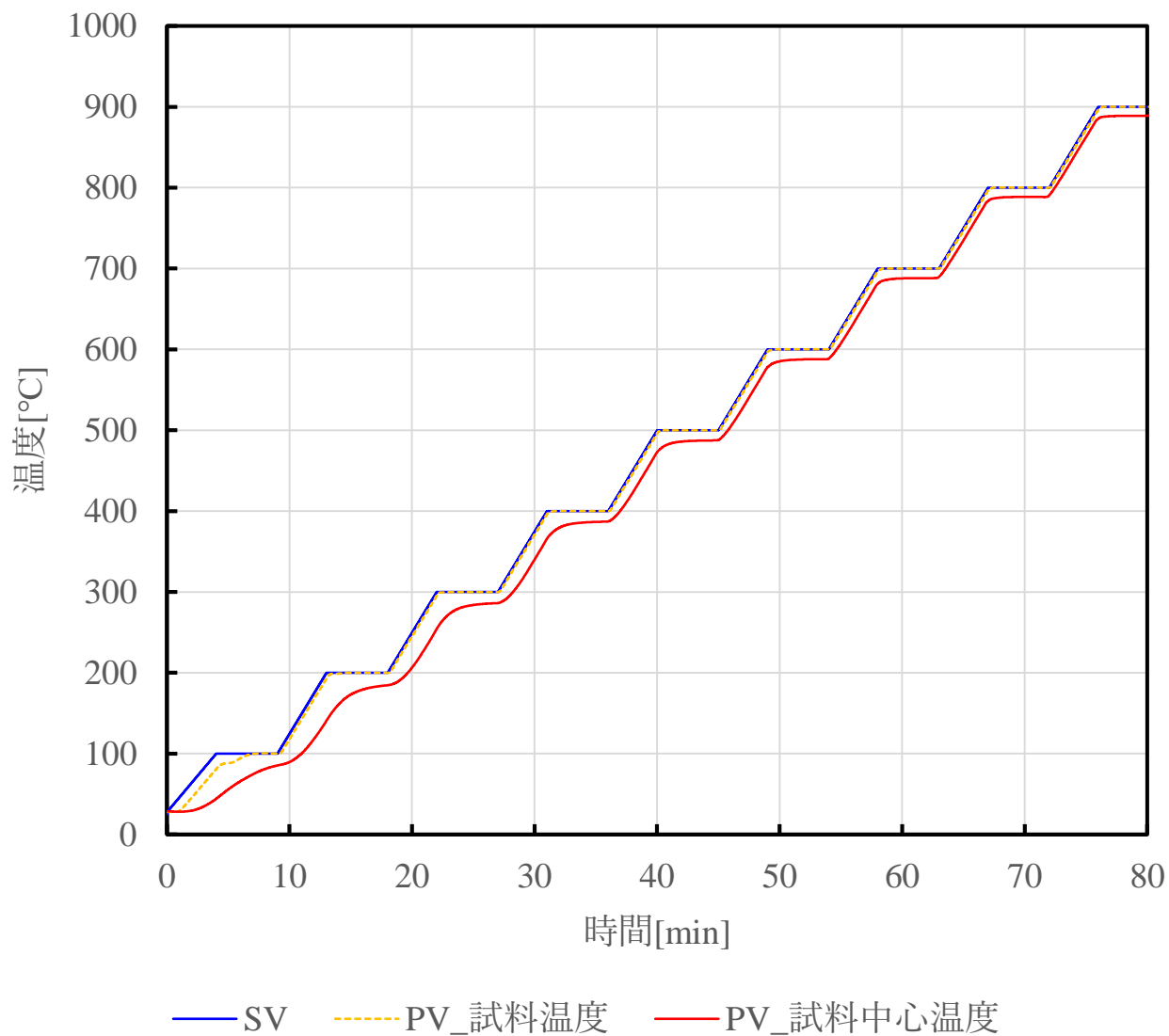
in-situ 透過 XAFS 用加熱ガスフローセル synthetic air

測定実施日：2019 年 1 月 7 日

室温：24 °C 湿度：17%

使用ガス：O<sub>2</sub> (20 mL/min) + N<sub>2</sub> (80 mL/min)

昇温条件：25 °C/min, 各温度で 5 min 保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	28	29	0
100 °C 到達時	99	80	44	4
100 °C 1 min 保持後	100	88	56	5
100 °C 5 min 保持後	100	100	85	9
200 °C 到達時	199	192	140	13
200 °C 1 min 保持後	200	199	161	14
200 °C 5 min 保持後	200	200	185	18
300 °C 到達時	299	295	254	22
300 °C 1 min 保持後	300	300	272	23
300 °C 5 min 保持後	300	300	286	27
400 °C 到達時	399	395	366	31
400 °C 1 min 保持後	400	400	379	32
400 °C 5 min 保持後	400	400	387	36
500 °C 到達時	499	496	473	40
500 °C 1 min 保持後	500	500	483	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	488	45
600 °C 到達時	599	596	578	49
600 °C 1 min 保持後	600	600	585	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	589	54
700 °C 到達時	699	696	681	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	687	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	690	63
800 °C 到達時	799	796	783	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	788	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	791	72
900 °C 到達時	899	896	885	76
900 °C 1 min 保持後	900	900	889	77
900 °C 4 min 保持後	900	900	889	80

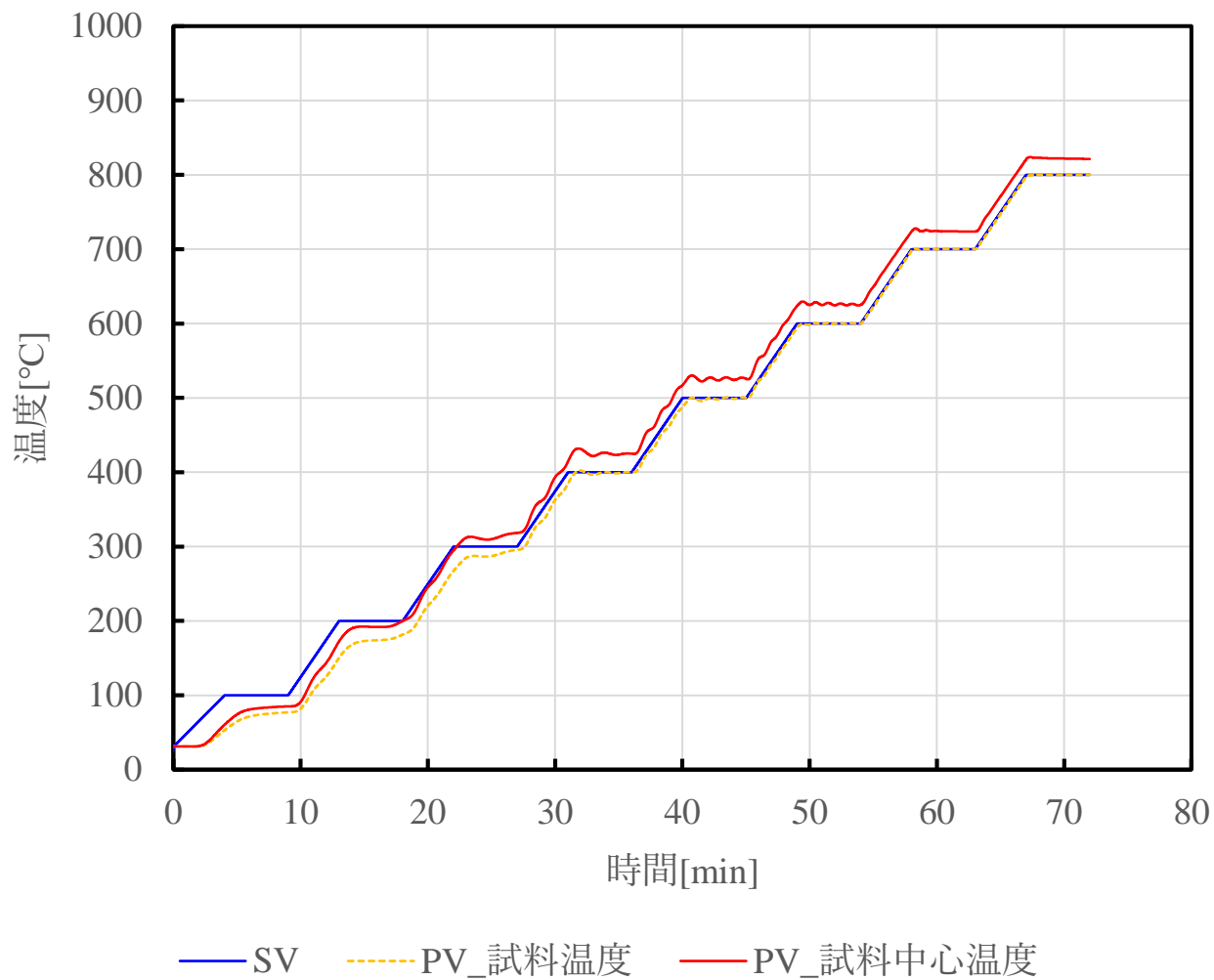
*in-situ* 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル H<sub>2</sub>

測定実施日：2019 年 1 月 8 日

室温：24 °C 湿度：16%

使用ガス：H<sub>2</sub> (100 mL/min)

昇温条件：25 °C/min, 各温度で 5 min 保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	31	31	0
100 °C 到達時	100	53	60	4
100 °C 1 min 保持後	100	65	74	5
100 °C 5 min 保持後	100	77	81	9
200 °C 到達時	199	150	172	13
200 °C 1 min 保持後	200	168	190	14
200 °C 5 min 保持後	200	181	200	18
300 °C 到達時	300	267	295	22
300 °C 1 min 保持後	300	285	312	23
300 °C 5 min 保持後	300	296	318	27
400 °C 到達時	400	384	414	31
400 °C 1 min 保持後	400	402	431	32
400 °C 5 min 保持後	400	400	425	36
500 °C 到達時	500	487	517	40
500 °C 1 min 保持後	500	500	528	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	526	45
600 °C 到達時	600	594	624	49
600 °C 1 min 保持後	600	599	625	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	625	54
700 °C 到達時	700	697	724	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	725	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	724	63
800 °C 到達時	800	797	821	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	823	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	821	72

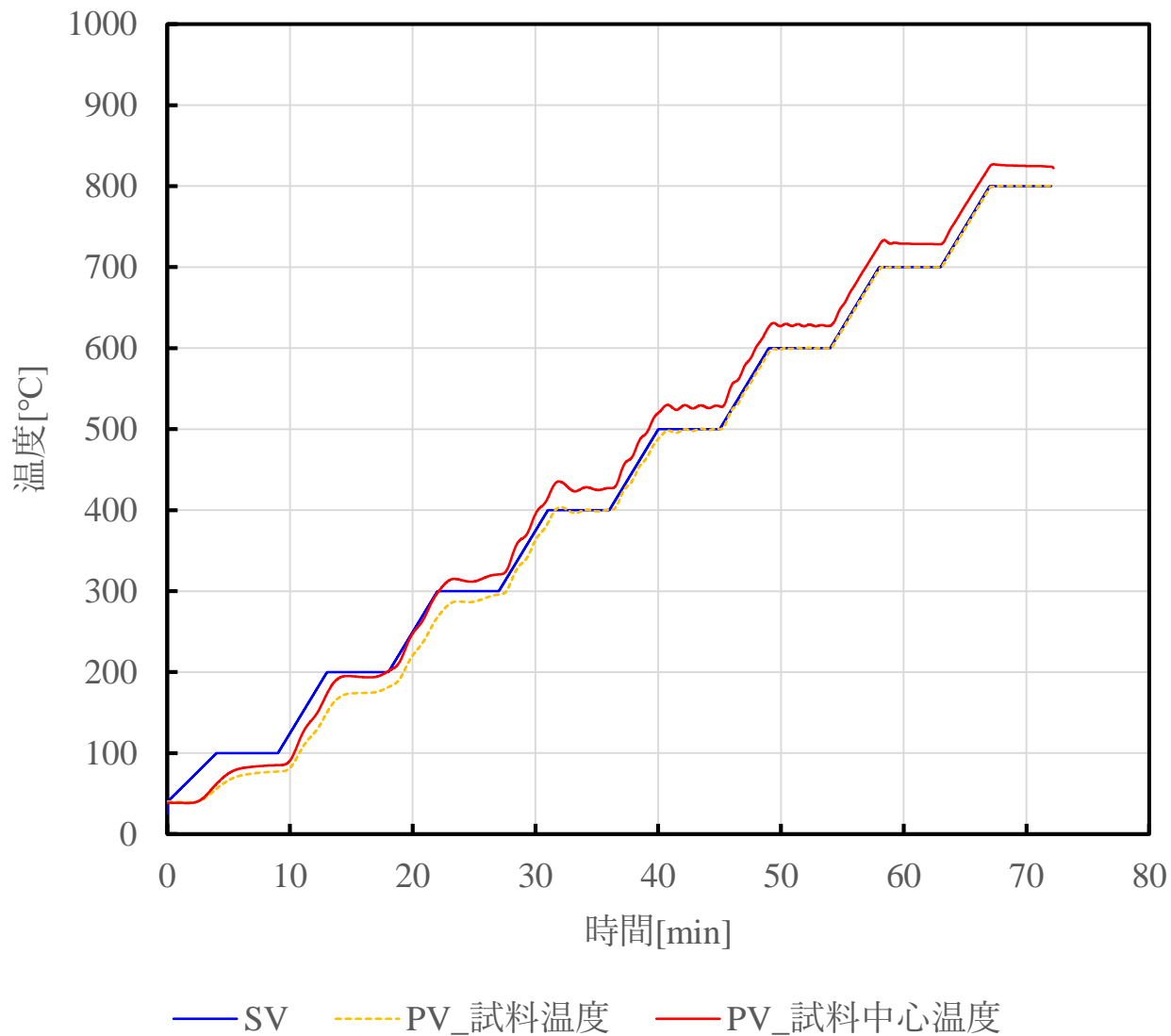
in-situ 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル He

測定実施日：2019年1月8日

室温：24℃ 湿度：16%

使用ガス：He (100 mL/min)

昇温条件：25℃/min, 各温度で5min保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	40	39	0
100 °C 到達時	100	56	62	4
100 °C 1 min 保持後	100	67	75	5
100 °C 5 min 保持後	100	77	85	9
200 °C 到達時	200	150	174	13
200 °C 1 min 保持後	200	169	193	14
200 °C 5 min 保持後	200	181	202	18
300 °C 到達時	300	267	299	22
300 °C 1 min 保持後	300	284	314	23
300 °C 5 min 保持後	300	296	321	27
400 °C 到達時	400	384	417	31
400 °C 1 min 保持後	400	404	435	32
400 °C 5 min 保持後	400	401	427	36
500 °C 到達時	500	488	521	40
500 °C 1 min 保持後	500	498	527	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	528	45
600 °C 到達時	600	594	628	49
600 °C 1 min 保持後	600	599	628	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	629	54
700 °C 到達時	700	697	730	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	730	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	729	63
800 °C 到達時	800	797	826	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	826	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	823	72

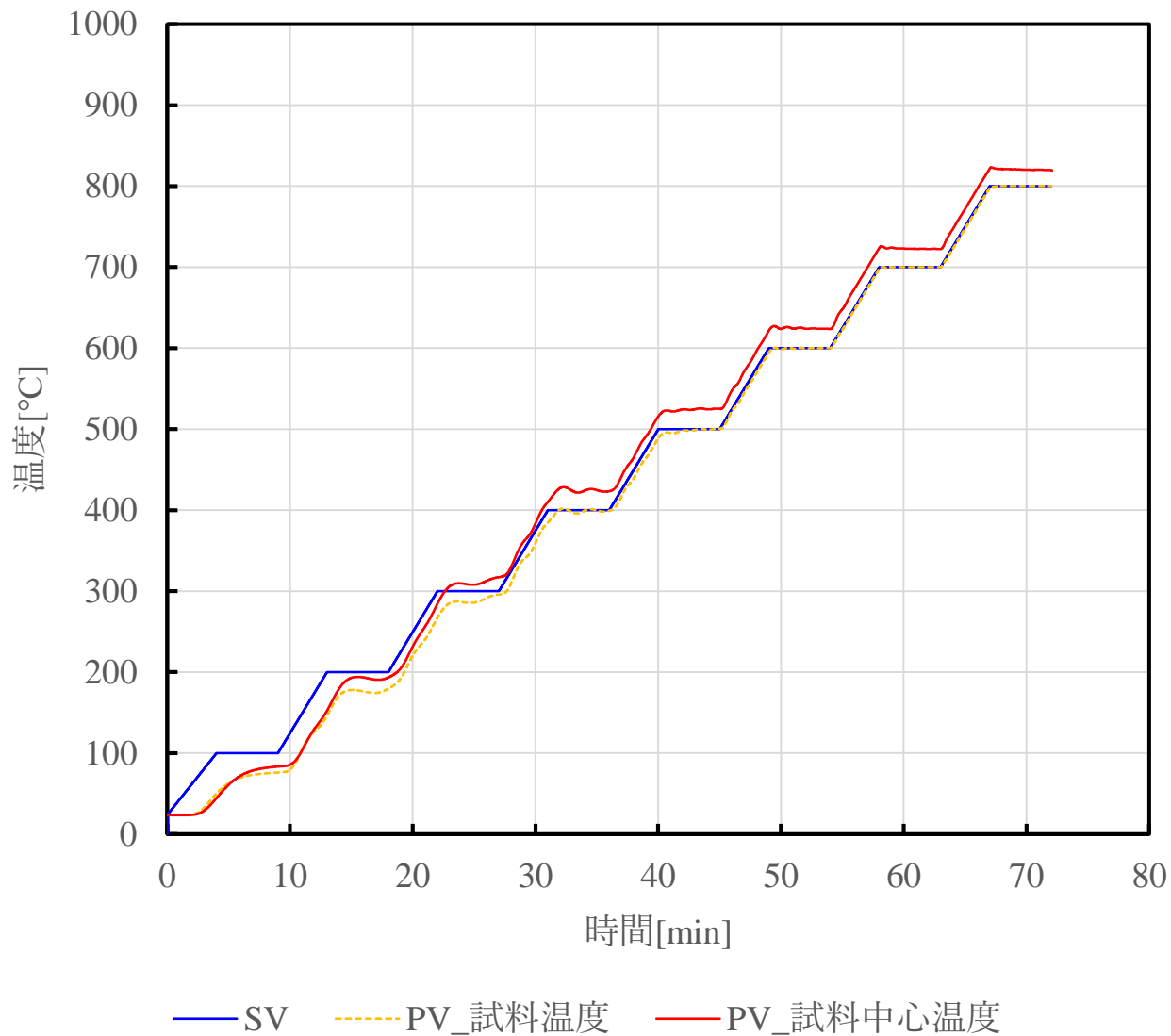
in-situ 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル N<sub>2</sub>

測定実施日：2019年1月8日

室温：24℃ 湿度：16%

使用ガス：N<sub>2</sub> (100 mL/min)

昇温条件：25℃/min, 各温度で5min保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	24	23	0
100 °C 到達時	100	50	44	4
100 °C 1 min 保持後	100	63	61	5
100 °C 5 min 保持後	100	76	73	9
200 °C 到達時	200	146	152	13
200 °C 1 min 保持後	200	171	180	14
200 °C 5 min 保持後	200	179	193	18
300 °C 到達時	300	267	284	22
300 °C 1 min 保持後	300	285	306	23
300 °C 5 min 保持後	300	296	317	27
400 °C 到達時	400	384	410	31
400 °C 1 min 保持後	400	401	427	32
400 °C 5 min 保持後	400	399	423	36
500 °C 到達時	500	488	516	40
500 °C 1 min 保持後	500	495	522	41
500 °C 5 min 保持後	500	501	525	45
600 °C 到達時	600	594	621	49
600 °C 1 min 保持後	600	598	624	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	624	54
700 °C 到達時	700	698	723	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	724	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	722	63
800 °C 到達時	800	797	822	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	821	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	820	72



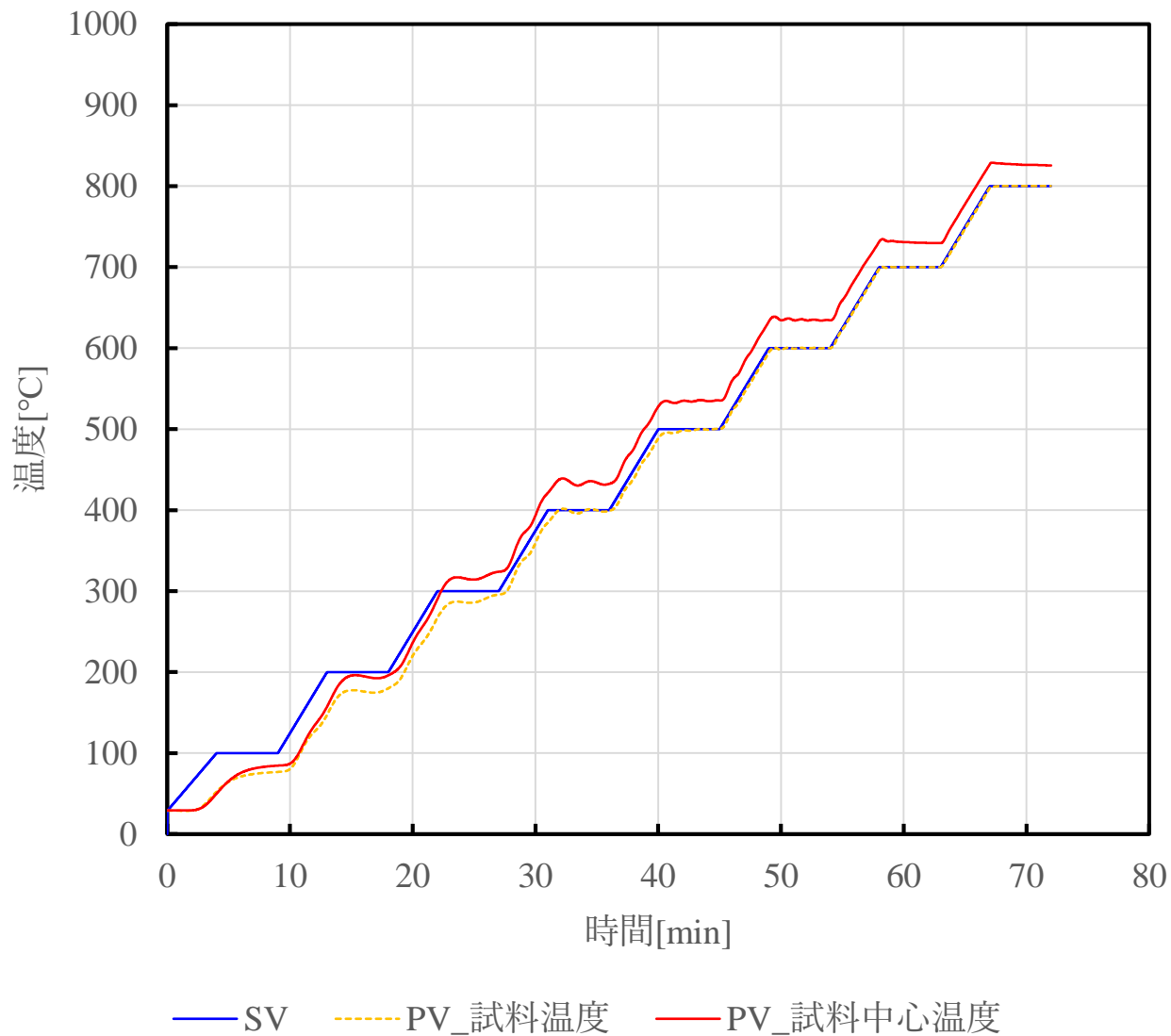
in-situ 蛍光 XAFS 用加熱ガスフローセル synthetic air

測定実施日：2019年1月8日

室温：24℃ 湿度：16%

使用ガス：O<sub>2</sub> (20 mL/min) + N<sub>2</sub> (80 mL/min)

昇温条件：25℃/min, 各温度で5min保持



プログラム	SV [°C]	試料温度_PV [°C]	試料中心温度_PV [°C]	経過時間 [min]
スタート	25	29	29	0
100 °C 到達時	100	52	50	4
100 °C 1 min 保持後	100	65	66	5
100 °C 5 min 保持後	100	77	76	9
200 °C 到達時	200	147	157	13
200 °C 1 min 保持後	200	171	185	14
200 °C 5 min 保持後	200	180	196	18
300 °C 到達時	300	267	290	22
300 °C 1 min 保持後	300	285	314	23
300 °C 5 min 保持後	300	296	324	27
400 °C 到達時	400	385	421	31
400 °C 1 min 保持後	400	401	438	32
400 °C 5 min 保持後	400	399	433	36
500 °C 到達時	500	489	528	40
500 °C 1 min 保持後	500	495	533	41
500 °C 5 min 保持後	500	500	535	45
600 °C 到達時	600	594	633	49
600 °C 1 min 保持後	600	598	634	50
600 °C 5 min 保持後	600	600	634	54
700 °C 到達時	700	698	731	58
700 °C 1 min 保持後	700	700	732	59
700 °C 5 min 保持後	700	700	730	63
800 °C 到達時	800	798	827	67
800 °C 1 min 保持後	800	800	828	68
800 °C 5 min 保持後	800	800	826	72

## 更新履歴

2019年4月16日 作成 (BL5S1 高濱)