



XAFS 入門講習会 測定解析実習 (BL1N2)

野本豊和¹, 杉山陽栄¹, 村瀬 晴紀², 福岡 修²

1 あいちシンクロトロン光センター 2 あいち産業科学技術総合センター

キーワード : 軟 X 線 XAFS, Ni, 酸化膜

1. 実施目的

軟 X 線領域の XAFS 測定を利用しようと検討している研究開発者向けに、XAFS の測定と取得したデータの解析を体験する実習を開催した。軟 X 線ビームライン BL1N2 では遷移金属元素の L 吸収端と酸素の K 吸収端が両方測定可能であり、この利点を活かした研修内容を考え、測定と解析をその場で取組むことにより、参加者の XAFS 解析のスキルを向上させることを目的とした。

2. 実験内容

長期間大気暴露された Ni 板、同じ Ni 板をアルミナ研磨剤にて表面研磨したもの、標準試薬として NiO 粉末を測定試料とした。Ni 板はカーボンテープを用いてサンプルプレートに張り付けた。また、粉末試料については傷を付けた In 箔に少量を埋め込む方法で試料を作製した。

XAFS 測定は全電子収量法で行い、測定領域は Ni L2, 3 吸収端および O K 吸収端とした。シンクロトロン光の分光には、これらの領域で高い分解能を持つ回折格子 G1[500 lines/mm, Au コート]を用いた。

3. 結果

研修で測定した Ni L3 吸収端および O K 吸収端の結果を Fig 1 および Fig 2 に示す。

Ni の L3 吸収端スペクトルを重ね書きし、ピーク位置やサテライト構造を比べることにより、酸化状態の比較を行った。ピーク位置は NiO が最も高エネルギー側に位置しており、Ni (そのまま)、Ni (表面研磨) の順に低エネルギー側へとシフトした。このことから、長期間大気暴露された Ni 板の表面には多くの Ni 酸化物が存在し、研磨により取り除かれる様子が XAFS スペクトルに反映されている。

O K 吸収端スペクトルも同様に比較を行った。Ni 表面の酸素のスペクトルは試薬の NiO とはピーク位置が異なるスペクトルを示し、このことから Ni が NiO とは異なる酸化状態にあることが推察される。

本研修の参加者が各自の研究開発において XAFS 分析を利用する際に、本研修内容が一助となれば幸いである。

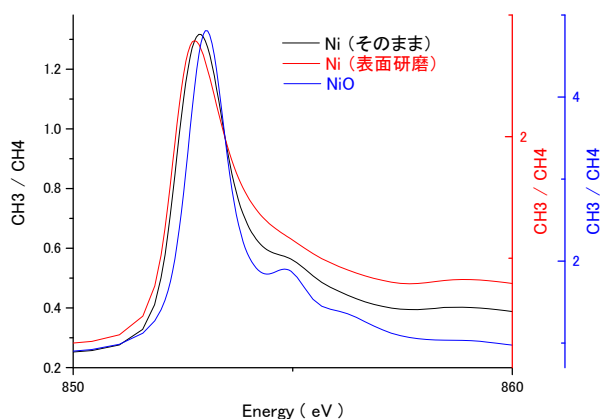


Fig 1. Ni L3 吸収端 XAFS スペクトル

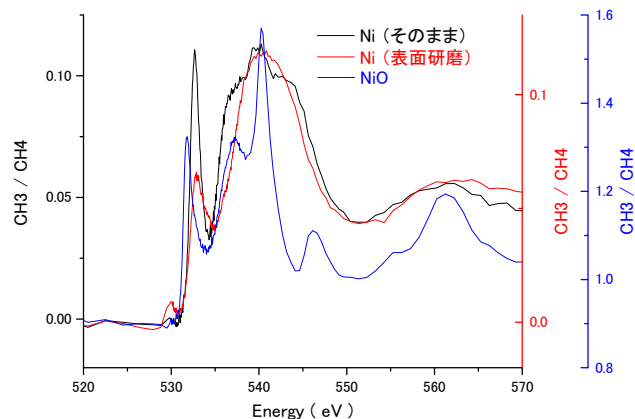


Fig 2. O K 吸収端 XAFS スペクトル