



## 量子ビーム実験：放射光を利用した XAFS 測定による物性評価

八木伸也<sup>1,2</sup>, 山田智明<sup>2</sup>, 小川智史<sup>2</sup>

1 名古屋大学未来材料・システム研究所, 2 名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：量子ビーム実験, XAFS 測定, 蛍光 X 線分析

### 1. 背景と研究目的

本課題は、名古屋大学大学院工学研究科エネルギー理工学専攻および総合エネルギー理工学専攻の修士1年前期に実施する「量子ビーム実験：2単位」の一部分を担うものである。本実験では、量子ビーム(X線, 電子線, 中性子線等)の中でもX線を用いたXAFS測定, 蛍光X線分析(XRF), X線回折測定(XRD)を主として体験・見学させ、それら分析手法の理解及び有用性を認識させることを目的としている。特に、わが国の放射光科学は、世界的に最先端の領域を推進しており、その一端に触れさせることで固体試料や液体試料中に存在するX線領域で吸収端をもつ元素の化学状態分析の実際と理解を促すものである。

### 2. 実験内容

本実験では、BL5S1において透過法または部分蛍光収量法を用いたXAFS測定を行った。また、粉末試料においては、その試料中に含まれる微量な不純物の存在を明らかとするために、XRF測定を実施した。

### 3. 結果および考察

参加学生には、まず座学で説明したビームラインの構成とその機能、更にはハッチ内部の構成と各検出器(イオンチャンバ, SDD等)の利用内容について説明した。また、測定試料の設置方法や検出器との幾何学的な配置についても説明した。彼らは、学部生時代に「放射線計測手法」についての講義と実験の単位を取得しているため、それらの内容については一様の理解はしている。

まず、化学状態及び結合状態を知りたい未知の試料に対して、標準物質と

なりうる試料である酸化亜鉛(ZnO)と硫酸亜鉛(ZnSO<sub>4</sub>)について得られたXAFSスペクトルの $\chi(k)$ を抽出したスペクトルをFig.1に示す。この2つのスペクトルからも理解できるように、亜鉛原子周りの結合元素の種類や結合距離、そして配位数の違いによってEXAFS振動の様子が大きく異なっている。また、吸収端近傍のNEXAFSスペクトル(ここでは示さないが)についても、各ピークの帰属やそのエネルギー位置、更にはその強度に大きな違いが有ることを認識させた。これらの情報を用いて定性的には、未知の化合物試料の解釈を行うことを理解してもらった。

一方、「粉末試料中に含まれる微量な不純物元素の同定を行って欲しい」という要望がきた場合の分析対応についても後学のために実施した。分析手法としてはSDD検出器を用いた蛍光X線分析測定

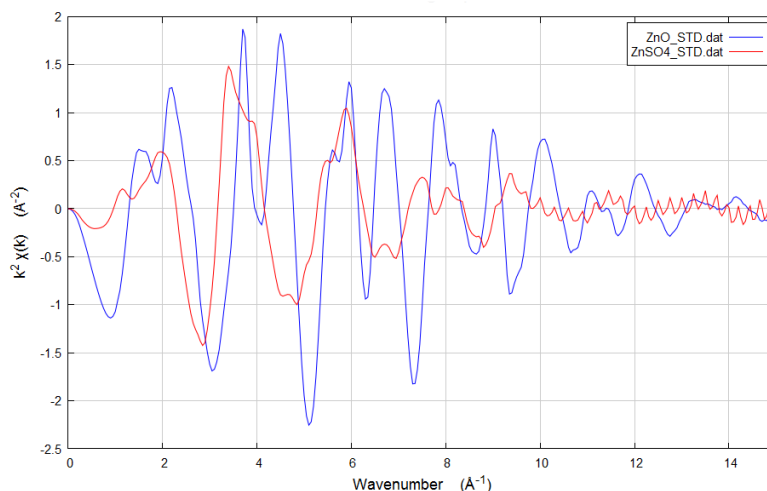


Fig. 1. 標準化合物のEXAFS振動( $\chi(k)$ )スペクトル.

(XRF) である。Fig.2 にカルシウム化合物中に微量に含まれている元素を同定するために測定した XRF スペクトルを示す (入射光のエネルギーは、8.0 keV であり測定時間は 60 秒とした)。図中に示すように、6.5 keV 弱あたりに鉄元素の存在を示す蛍光 X 線が検出された。この結果は、濃度が規定された既知試料の XRF スペクトルと比較することで、定量的な鉄元素の濃度を知ることができる。

以上の 2 種類の測定で得られたスペクトルの解釈手法と実験実施に際し口頭では説明できていなかった諸注意をミーティングルームで行い、学生の理解を深め、可能な限り時間の許す範囲内で光源ホールを歩き、他のビームラインの説明を行った。

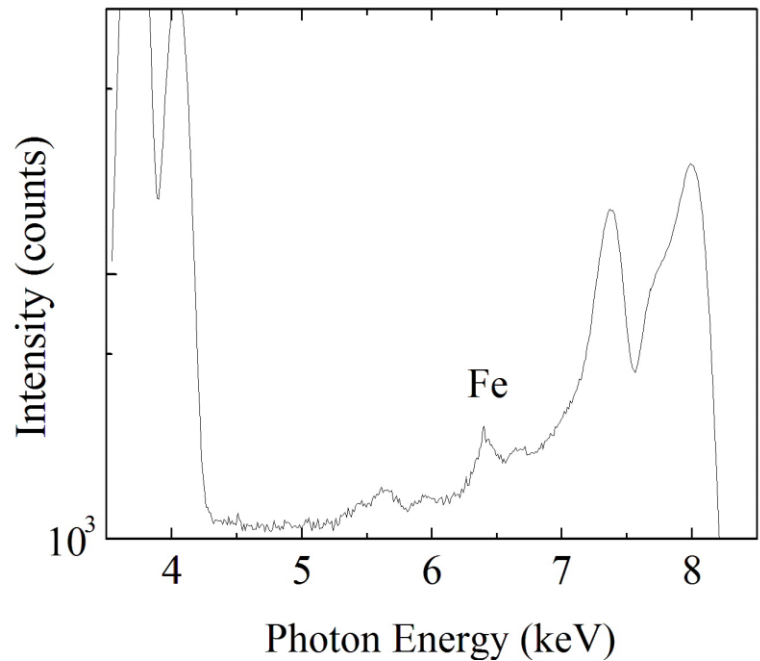


Fig. 2. 粉末試料の XRF スペクトル

#### 4. あとがき

これまでに 2 年度 (平成 29 年度, 平成 30 年度) にわたって「量子ビーム実験」を実施した。普段の座学中心の講義でははく、実際の実験施設での見学をすることで積極的な質問や疑問をその場で消化する姿が見えたという感想をもっている。今後も継続した本実験の実施を予定しており、あいち SR 施設、特にビームライン関係者の方々のご協力をお願いする次第である。