



硬 X 線 XAFS ビームライン BL11S2 での測定解析実習

塚田千恵¹, 竹田晋吾², 加藤弘泰², 田渕雅夫¹

1 名古屋大学, 2 スプリングエイトサービス株式会社

キーワード：硬 X 線 XAFS, 測定解析実習, 透過法, 蛍光法, Athena, 線形結合フィッティング

1. 背景と目的

XAFS は試料中に含まれる特定元素の化学状態やその周囲の局所構造を評価できる有用な測定手法であり、基礎～産業までの幅広い研究で利用されている。AichiSR 内にある硬 X 線 XAFS ビームラインの BL11S2 は、5~26 keV の単色光を用いることで、Ti~Cd の K 吸収端、Cs~Bi の L₃ 吸収端の XAFS 測定が行える。本実習は、2019 年 6 月 24 日~25 日に開催した硬 X 線 XAFS に関する入門講習会の一環として、同手法に興味があって、実際に測定を行ってみたいという初心者を中心に、試料調製・測定・解析の基礎を習得することを目的として実施した。

2. 実習内容と結果

以下の 5 つの内容を実施した。(2)~(4)は Fe K 吸収端、(5)は試料毎に適切な元素とその吸収端を選んで XAFS 測定を行った。

- (1) 混合時間を変えた FeO ペレットの作製
- (2) (1)で作製した FeO ペレットの透過法での測定、及び、それらスペクトルの比較
- (3) FeO、Fe₂O₃、Fe₃O₄ の混合比を変えて作製した Fe 酸化物ペレットの透過法での測定、及び、それらスペクトルに対する線形結合フィッティング解析
- (4) 希薄な濃度の FeCl₃ 水溶液に対する透過法と蛍光法での同時測定、及び、それらスペクトルの比較
- (5) 受講者の持込試料に対するお試し測定

上記のうち、(1)と(2)の詳細を記す。FeO 粉末と窒化ホウ素 (BN) 粉末をアルミナ乳鉢で混合し、透過法での XAFS 測定用のペレットを作製した。このとき、FeO 粉末と BN 粉末の混合時間を 1 分、5 分、10 分、15 分、20 分とし、混合時間とペレットの均質性の関係を比較したいと試みた。図 1 に、作製した FeO ペレットの Fe K 吸収端の EXAFS スペクトルを示す。11 Å⁻¹ 付近以降で、1 分、5 分のスペクトルはその他と比較して鈍っているように見えるが、明らかな有意な差はなく、全てにおいて均質性の良いペレットが作製できたと言える。今回は各時間での混合の担当者が全て異なったため、今後、混合時間とペレットの均質性の関係を検討する場合は、混合のやり方に差異が生じないように、ダンシングミル[1]などの装置で混合するべきと考えられる。ただし、講習会の目的として掲げた「試料調製・測定・解析の基礎を学ぶ」という点は網羅できており、アンケート結果から、受講者にとって有意義な講習になったと言える。

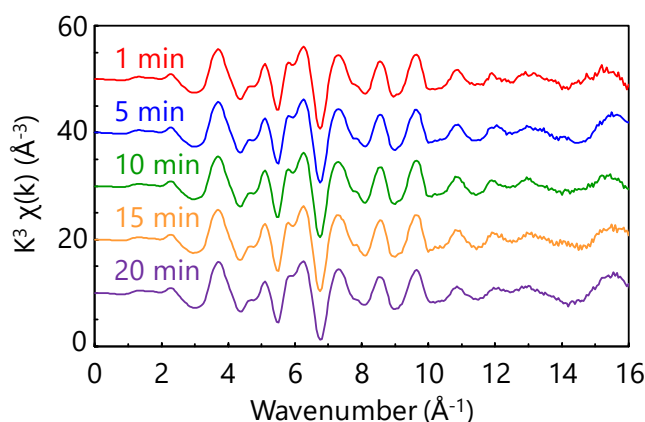


図 1. FeO 粉末と BN 粉末の混合時間を変えて作製したペレットの Fe K 吸収端の EXAFS スペクトル.

3. 参考資料

[1]ダンシングミルによるペレット用粉末の自動混合

http://www.astf-kha.jp/synchrotron/userguide/files/dancing_mill_manual.pdf 2019 年 8 月 20 日最終閲覧.