



# 光ビームプラットフォーム 硬 X 線 XAFS ラウンドロビン実験

須田 耕平<sup>1</sup>, 竹田 晋吾<sup>2</sup>, 加藤 弘泰<sup>2</sup>, 君島 堅一<sup>3</sup>, 瀬戸山 寛之<sup>4</sup>, 渡辺 剛<sup>5</sup>, 上原 康<sup>1</sup>

AichiSR

<sup>1</sup> あいちシンクロトロン光センター, <sup>2</sup> スプリングエイトサービス,

<sup>3</sup> 高エネルギー加速器研究機構, <sup>4</sup> 九州シンクロトロン光研究センター, <sup>5</sup> 高輝度光科学研究センター

キーワード：XAFS, QXAFS, 透過法, 光ビームプラットフォーム, 参照触媒

## 1. 背景と研究目的

X 線吸収微細構造 (X-ray absorption fine structure : XAFS) は、元素の化学状態や局所構造を分析可能な手法であり、学術・産業の分野を問わず広く活用されている。今後更に増加するであろう XAFS ユーザーの利便性向上と高度利用に向け、光ビームプラットフォーム事業のラウンドロビン測定では国内のビームラインの特徴把握と技術共有に取り組んでいる<sup>1,2</sup>。ビームラインの特徴を知ることにより、測定データに互換性のあるビームラインを並行して使用する、または、測定内容によってビームラインを使い分ける (組み合わせる) ことなどが可能となる。

今回、あいちシンクロトロン光センターの硬 X 線 XAFS ビームライン BL11S2 で実用触媒材料の測定を実施したので、結果の一部を報告する。

## 2. 実験内容

本実験で測定した試料および吸収端の一覧を Table. 1 に示す。測定試料は SPring-8 所有の標準試料および触媒学会の参照触媒である。これらを窒化ホウ素と混合し、ペレットに成型した。BL11S2 では、前置鏡により平行化した放射光を Si(111) 或いは Si(311) 二結晶分光器で単色化し、Pt コート後置鏡で試料位置に集光する。また、10 keV 以下の測定においては、後置鏡下流に高次光カット用の Au コートミラーを挿入する。測定は透過法のクイックスキャンで行った。エネルギー較正は BL11S2 所有の標準試料の吸収端エネルギーで行っており、Ti と Ce の測定前に Ti foil で、W の測定前に Ta foil で、Zr と Nb の測定前に Nb foil でそれぞれエネルギーを較正した。

Table. 1 測定試料および吸収端の一覧

Sample	Absorption edge	Sample	Absorption edge
Ti foil	Ti K	W foil	W L <sub>3</sub>
TiO <sub>2</sub> <sup>*</sup>		WO <sub>3</sub>	
JRC-TIO-1 <sup>*</sup>		JRC-WZ-1	
JRC-TIO-7 <sup>*</sup>		Zr foil	Zr K
JRC-TIO-9 <sup>*</sup>		ZrO <sub>2</sub>	
JRC-TIO-10 <sup>*</sup>		JRC-ZRO-1	
JRC-TIO-13 <sup>*</sup>		JRC-WZ-1	Nb K
JRC-TIO-14 <sup>*</sup>		Nb foil	
JRC-TIO-15 <sup>*</sup>		Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
JRC-TIO-16 <sup>**</sup>		JRC-NBO-2	
CeO <sub>2</sub>	Ce L <sub>3</sub>	JRC-NBO-4	JRC-NBO-5C
JRC-CEO-1		JRC-NBO-5C	
JRC-CEO-2			
JRC-CEO-4			
JRC-CEO-5			

※ \* および \*\* を付記した試料の結晶構造はそれぞれアナターゼおよびルチルである。

### 3. 結果および考察

今回の測定結果の一例として、参照触媒 JRC-NBO-2 (化学式:  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、ペレットでの濃度: 約 7 wt.%) の Nb K 吸収端のスペクトルを示す。Figure. 1 (a) ~ (c) はそれぞれ、(a) XANES スペクトル、(b) XANES スペクトルの吸収端付近の拡大図、(c) XANES スペクトルの一階微分である。青線と赤線はそれぞれ、分光結晶として Si(111) および Si(311) を使用した場合の結果である。Figure. 1 (a) ~ (c) を見ると、Si(111) と Si(311) を使用した場合で吸収端付近の形状が異なっている。Si(311) を使用した場合には、Fig. 1 (b) の矢印で示したような 3 つのピークが見えているが、この特徴は文献と一致した<sup>3</sup>。これまでも我々は、Si(311) が Si(111) と比較して高分解能測定に適していることを Pd foil を評価し報告してきた<sup>4</sup>。分光結晶に Si(311) を使用すると Si(111) を使用した場合に比べて X 線強度は約 1/5 となるものの、7 wt.% 程度の試料を測定する場合においても、Si(311) が高分解能な XANES 評価に適することを今回の結果は示している。

以上は BL11S2 の特徴把握のために実施した測定の一部である。今回測定したデータは他施設の測定データとも比較し、その結果も今後公開していく計画である。

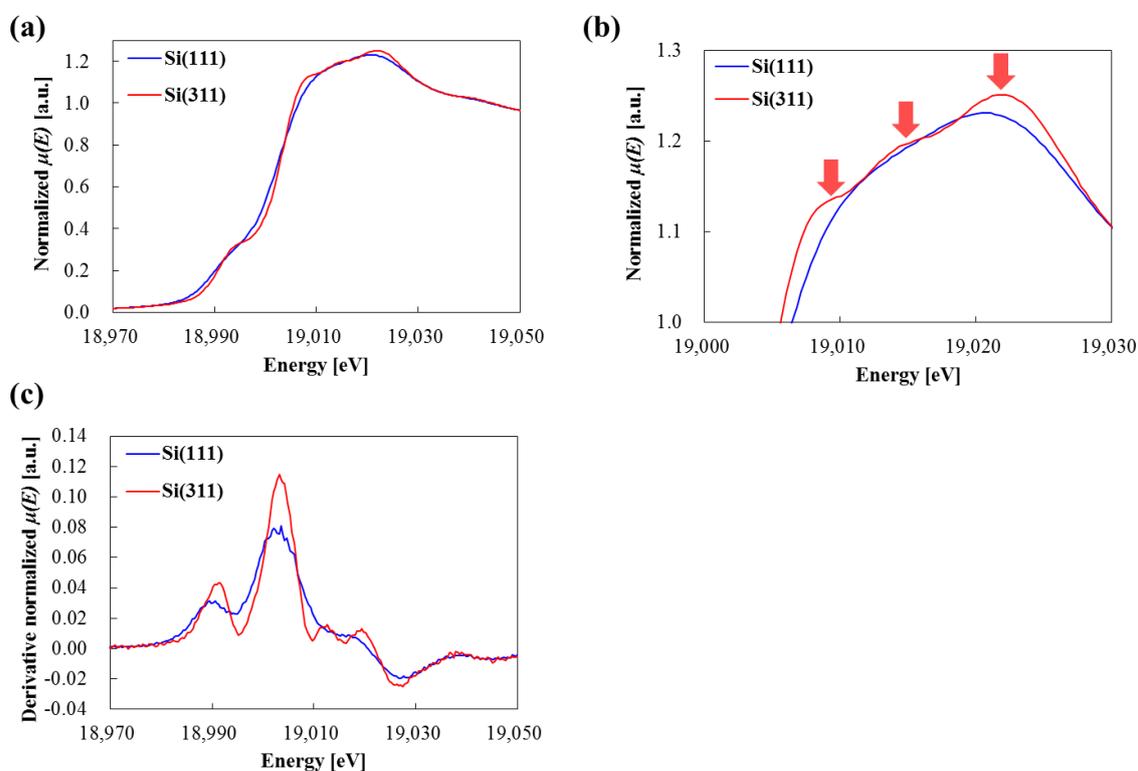


Figure. 1 JRC-NBO-2 の Nb K 吸収端の (a) XANES スペクトル、  
(b) XANES スペクトルの吸収端付近の拡大図、(c) XANES スペクトルの一階微分

### 4. 参考文献

1. 池野 成裕、渡辺 剛、瀬戸山 寛之、君島 堅一、廣友 稔樹、高濱 謙太郎、竹田 晋吾、加藤 弘泰; AichiSR 2017 年度公共等利用成果報告書(実験番号: 201705029、201706011).
2. 池野 成裕、内山 智貴、渡辺 剛、瀬戸山 寛之、君島 堅一、廣友 稔樹; AichiSR 2016 年度公共等利用成果報告書(実験番号: 201605123、201605132、201606006).
3. M. A. Sahiner, A. Nabizadeh, D. Rivella, L. Cerqueira, J. Hachlica, R. Morea, J. Gonzalo, J. C. Woicik; *Journal of Physics* **712**, 012103 (2016).
4. 加藤 弘泰、竹田 晋吾、田淵 雅夫、廣友 稔樹、高濱 謙太郎、塚田 千恵、竹田 美和; 第 21 回 XAFS 討論会、北海道 (2018).