



茨城県人材育成事業に係る放射光利用実習

石垣 徹

茨城大学 フロンティア応用原子科学研究センター

キーワード：金属材料、金属酸化物材料、硬X線 XAFS

1. 背景と研究目的

茨城大学フロンティア応用原子科学研究センターでは、茨城県よりの委託により、茨城県の公設試験場等の職員を対象とした、茨城県中性子ビームライン等の量子ビーム施設と県内企業等との橋渡しを可能とする人材を育成する、「茨城県中性子ビームライン等の量子線を活用した人材育成事業を実施している。本研修では、中性子ビーム装置だけでなく、広く量子ビーム装置の利用法に関する知見を習得することを目的としており、放射光分光装置に関する測定手法および解析手法に関する知見を習得して、今後のユーザ支援等に役立てて頂く事を目的として実習を実施した。

2. 実験内容

本実験では、硬X線分光の基本的な実験方法および解析手法の習得を目的として、BL5S1 および BL11S2 を使用して硬X線 XAFS の実習を行った。透過法を用いた測定では、鉄および鉄酸化物を用いて、試料セットから測定、解析までの一連の実習を実施した。また、混合比未知の鉄酸化物試料についてリニアコンビネーションフィットを利用して混合比を決定した。

蛍光法を用いた測定では、鉄系水溶液を用いて、透過法と測定データの比較を実施した。

3. 結果および考察

透過法の測定では、まず鉄酸化物標準試料の Fe-K edge XANES スペクトルを測定、鉄の価数の違いを観察した。そののち、混合比未知試料について測定を実施した。図1には混合比未知試料のリニアコンビネーションフィットを示す。フィットの結果、試料 D については、FeO 28%、Fe₂O₃ 35%、Fe₃O₄ 36%と言う結果が得られ、この値は仕込み値 (FeO 33%、Fe₂O₃ 33%、Fe₃O₄ 33%) によく一致した結果が得られた。蛍光法の測定では、蛍光法の測定に加えて、透過法のデータの測定をあわせて実施し、希薄液体の測定では、透過法では吸収のピークが十分に観察する事が難しかったのに対して、蛍光法のデータでは十分に XAFS スペクトルが観察される事が理解できた。図2に蛍光法および透過法により求めた XANES スペクトルの比較を示す。透過法のデータが大きく乱れていることから、希薄で十分な吸収が得られない試料の場合には蛍光法が有効である事が理解できた。

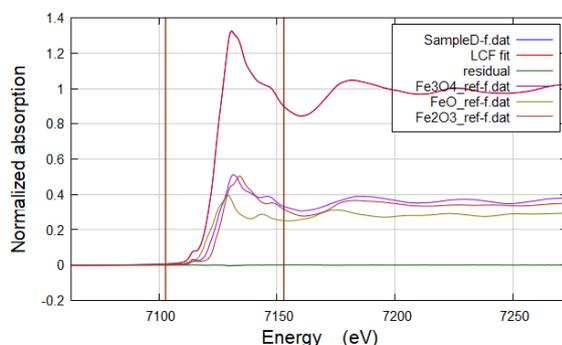


Fig 1 混合比未知試料 D の Fe-K edge XANES スペクトル リニアコンビネーションフィットパターン

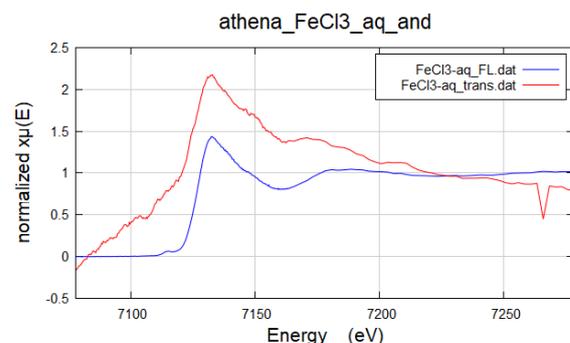


Fig.2 鉄系液体試料の蛍光法 (青線) および透過法 (赤線) Fe-K edge XANES スペクトル