



硬 X 線 XAFS ビームライン BL5S1 での測定解析実習

塚田千恵¹, 廣友稔樹², 高濱謙太郎¹, 田淵雅夫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 BL5S1 は、5~22 keV の単色光を用いることで、Ti~Mo 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、同手法に興味があつて、実際に測定を行ってみたいという初心者を主な対象とし、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、(4)の詳細を記す。2 mM FeCl₃ 水溶液をポリ袋に入れた後、透過法 (TR) と蛍光法 (FY) の同時測定が行えるようにセットした。透過法はイオンチャンバ、蛍光法はシリコンドリフト検出器を用いて XAFS 測定を行った。図 1 に、同試料に対する透過法と蛍光法の Fe K 吸収端 XAFS 測定の生データを示す。透過法のスペクトルはエッジジャンプが非常に小さく、スペクトルの規格化も困難であった。一方で、蛍光法のスペクトルは、エッジジャンプの強度が充分であり、7112.5 eV に現れる微細なプレエッジピークも明瞭に確認された。したがって、希薄な濃度の試料の場合は、一般的に推奨されている透過法よりも、蛍光法の方が適切な測定手法であることが分かった。

講習会のアンケート結果から、全体の内容を通して、受講者にとって、試料調製・測定・解析の基礎を習得できる有意義な体験になったと言える。

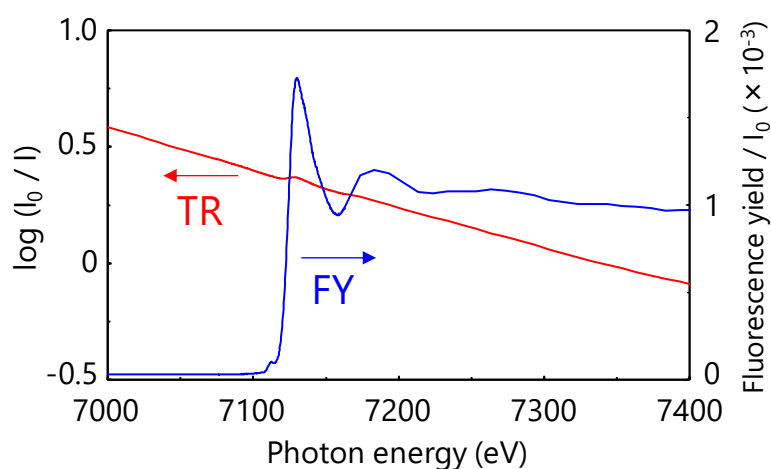


図 1. 2 mM FeCl₃ 水溶液に対する透過法 (TR) と蛍光法 (FY) の Fe K 吸収端 XAFS 測定の生データ。