



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¹, 高濱 謙太郎², 廣友 稔樹³, 君島 堅一⁴, 瀬戸山 寛之⁵, 渡辺 剛⁶, 上原 康¹

AichiSR

¹ あいちシンクロトロン光センター, ² 名古屋大学, ³ スプリングエイトサービス,

⁴ 高エネルギー加速器研究機構, ⁵ 九州シンクロトロン光研究センター, ⁶ 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^{1,2}。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 BL5S1 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。BL5S1 では、前置鏡により平行化した放射光を Si(111)二結晶分光器で単色化し、Rh コート後置鏡で試料位置に集光する。測定は透過法のクイックスキャンで行い、エネルギー較正は Cu 箔の K 吸収端の pre-edge peak で行った。

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 ₃
TiO ₂ [*]		WO ₃	
JRC-TIO-1 [*]		JRC-WZ-1	
JRC-TIO-7 [*]		Zr foil	Zr K
JRC-TIO-9 [*]		ZrO ₂	
JRC-TIO-10 [*]		JRC-ZRO-1	
JRC-TIO-13 [*]		JRC-WZ-1	
JRC-TIO-14 [*]		Nb foil	Nb K
JRC-TIO-15 [*]		Nb ₂ O ₅	
JRC-TIO-16 ^{**}		JRC-NBO-2	
CeO ₂	JRC-NBO-4		
JRC-CEO-1	JRC-NBO-5C		
JRC-CEO-2	Ce L ₃		
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

Figure. 1に標準試料TiO₂のEXAFS振動を示す。青線および赤線はそれぞれ、試料位置でのX線サイズ(高さ×幅)1mm×5mm、1mm×1mmの測定結果である。なお、X線サイズは実験ハッチ直前に設置した四象限スリットで調整した。両者を比較すると、X線幅5mmのEXAFS振動には $k=14.8$ および 16.7 付近に比較的大きなグリッチが見られた。グリッチの原因としては試料ムラが第一に考えられるが、本試料は今年度他施設での硬X線XAFSラウンドロビン測定でも使用しており、その際にはグリッチは見られなかったことから考えると、試料自体には問題が無いと推測される。我々は、このグリッチは高次光の影響であると考えている。BL5S1は、後置鏡が集光と高次光カットの両方を受け持っている。7 keV以下を用いる場合にはミラー角を深くするため、集光位置が上流側に大きく移動する。実験ハッチ内の試料位置では、集光後の発散光が届くが、それには特に周辺部において高次光カットが不十分な成分が多くなると推定される。高次光は、比較的軽いガスを用いるI₀イオンチェンバ(試料直前に設置)では検出されにくく、比較的重いガスを用いるI₁イオンチェンバ(試料直後に設置)では一部ではあるが検出されるため、吸光度 μt が割り切れなくなりグリッチとして現れる。このため、スリットでX線サイズを小さくしたことにより高次光が存在する領域がカットされ、その結果、グリッチが消えたと考えている。高次光カットのミラーを有するビームラインで本試料を測定した際にはこのようなグリッチは見られなかったことから、グリッチが高次光の影響である可能性は高いと考えている。

以上はBL5S1の特徴把握のために実施した測定の一例である。本件については今後もビームライン調整などを使用し検討を続けていく計画である。また、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。

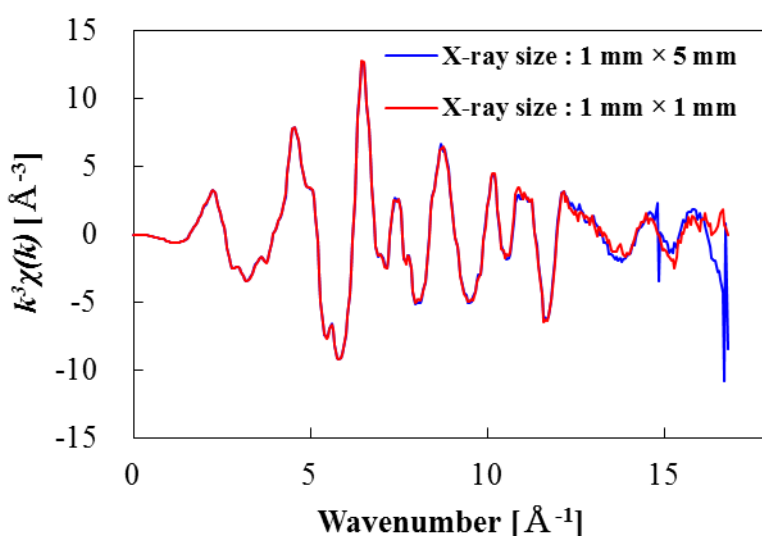


Figure. 1 標準試料TiO₂のEXAFS振動

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)。