



Cu 系試料の XAFS スペクトル測定【実地研修】

坂本 堯則
JX 金属(株)

キーワード：XAFS, 放射光, 化学状態, Cu 化合物

1. 背景と研究目的

企業における材料開発や品質保証の場面において、化学状態を分析する技術は、極めて重要である。事実、日常的に X 線回折、X 線光電子分光、電子顕微鏡による分析、化学分析などを併用し、存在する化学状態の解析を行っている。実際の分析試料では、存在量、試料中での分布、共存元素、結晶性など化学状態の分析に影響を及ぼす因子が複雑かつ多岐にわたっており、加えて実験室レベルで化学状態を解析できる電子分光法などは表面分析であり、バルクの情報を正しく取得、解析することが大変困難である場面も多い。

本実験では、化学状態分析のための新たな手段として、放射光を利用した X 線吸収微細構造解析(以下、XAFS)を検討することとした。

2. 実験内容

測定試料として、Cu 箔(6 μm 厚)、Cu₂O(三津和化学薬品製)、CuO(三津和化学薬品製)、Cu(OH)₂(富士フィルム和光純薬製)を用いた。Cu 箔以外の試料は粉末の性状であり、質量吸収係数および試料厚みから計算した必要量を、BN 粉末と 20 分程度混合したのち、加圧成型してペレットにした。

Cu K 吸収端 XAFS 測定は、BL11S2 で Si(111)分光結晶を用いて、透過法で行った。

3. 結果および考察

Fig.1 に各試料の、Cu K 吸収端スペクトルを示す。試料の表面は、大気中での酸化や汚染の可能性があるにもかかわらず、吸収端の位置のみならず、波形およびプレエッジのピーク位置も異なっており、文献データとの対応も確認された^[1]。XAFS を用いると、バルクの化学状態が解析でき、実験室で取得した表面状態の結果とあわせて、試料の総合的な理解が可能となることが示された。データベースなどを活用すれば、得られる情報は非常に多いと示唆される。また、複数の化学状態を含む試料のスペクトルに対して、標準試料のスペクトルを用いたフィッティングを行うことにより、比率を算出した報告があり、系によっては定量的な分析も期待できる^[2]。

4. 参考文献

1. 山本, 他, BUNSEKI KAGAKU Vol. 62, No. 6, pp. 555-563 (2013) .
2. 野本, 他, AichiSR 2016 年度公共等利用成果報告書 (実験番号: 201605054, 06079) .

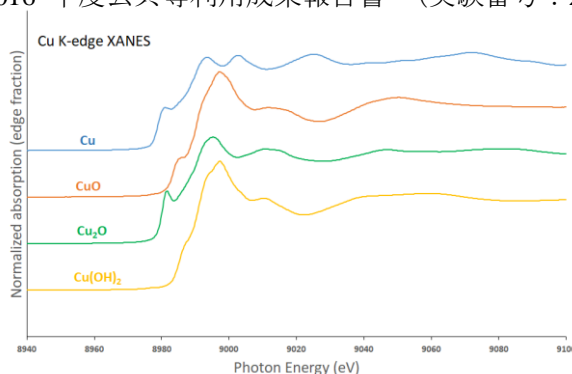


Fig.1 Cu K-edge XANES spectra