



定量精度向上を目指した XAFS 測定時の LCF 解析手法の高度化 (1)

野本 豊和, 杉山 信之, 村井 崇章
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：XAFS, 線形結合フィッティング(LCF), 精度向上, 銅, 酸化銅

1. 背景と研究目的

シンクロトロン光を用いた XAFS による半定量分析手法のひとつである線形結合フィッティング (LCF) では定量性を損なう場合があり、その要因を究明することを本研究の目的とする。今回は、粒子混合系に着目し、粉末粒子の粒子径に LCF の結果がどのように影響を受けるかを検証する。

2. 実験内容

XAFS 測定は AichiSR BL5S1 で実施した。標準サンプルは、高純度化学研究所製の銅粉末および酸化銅 (II) 粉末である。銅粉末は平均粒子径 1 μm 、5 μm 、45 μm 、酸化銅 (II) 粉末は平均粒子径 1 μm 、5 μm のものを用意した。混合サンプルは銅と酸化銅 (II) の組み合わせで、各 Cu のモル比が 1 : 1 となるように秤量し、メノウ乳鉢で 5 分間混合して作製した。合計 6 種を用意した。これらをカーボンテープ上に均一に塗付けて測定サンプルとし、転換電子収量法 (CEY) と部分蛍光収量法 (PFY) の同時 XAFS 測定を行った。

3. 結果および考察

Fig. 1 に測定で得られた Cu K-edge XAFS スペクトルを示す。このデータは CEY 法で測定したものである。単一の Cu および CuO 以外は、全て同等の組成比 (Cu と CuO) のサンプルから得られたスペクトルである。Cu45 μm +CuO1 μm の混合サンプルでは Cu の成分がほとんど検出されていないのに対して、Cu1 μm +CuO5 μm の混合サンプルでは、顕著に Cu の成分が検出された。この結果から、CEY 法による XAFS スペクトル中の成分比は、各標準サンプルの粒子径に大きく依存することが示唆される。今後は PFY 法や透過法のデータも解析して粒子径や分析深さとの関係を整理し、LCF で得られる成分比の精度を向上させる方法について、検討を進める予定である。

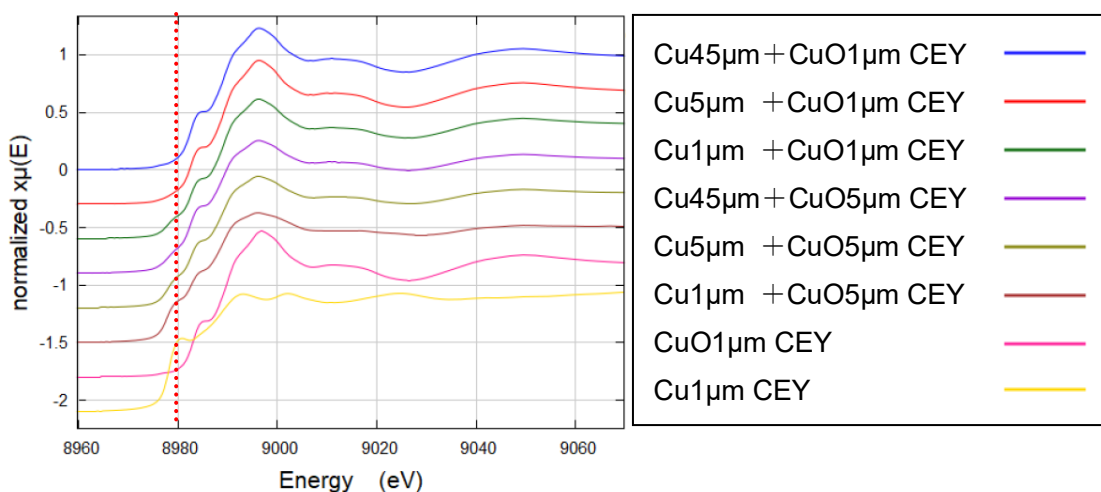


Fig. 1 Cu+CuO 混合サンプルの Cu K-edge XAFS スペクトル