



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 (2)

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、Cu と CuO の粉末粒子混合サンプルに着目し、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 $1\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 、 $45\mu\text{m}$ 、 $75\mu\text{m}$ 、 $150\mu\text{m}$ 、酸化銅 (II) 粉末は平均粒子径 $1\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 、 $300\mu\text{m}$ のものを用意した。これらは製品として表記された粒径である。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 15 種を用意した。これらをカーボンテープ上に均一に十分な厚みとなるように置い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 に今回得られた代表的な Cu K-edge XAFS スペクトル (CEY) 3 種を示す。全て Cu と CuO のバルク組成は同じサンプルであるが、Cu を示すピークが大きく現れる試料、ほとんど検出されない試料、およびその中間の試料が存在することが分かる。15 種の試料について、XAFS/LCF 解析によって算出した Cu の割合と対応する SEM 像を Table. 1 にまとめた。この表から、各成分の割合は粒径が小さいほど大きな値を示しており、数値が粒径に大きな影響を受けていることが明らかとなった。この傾向は PFY でも同様であった。今後は、粒径 (もしくは、粒径分布) の情報を元に、どこまで数値の補正が可能か検討する予定である。

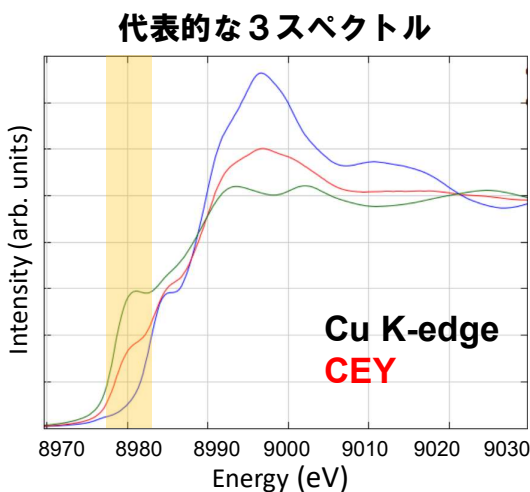


Fig. 1 Cu+CuO 試料の Cu K-edge XAFS スペクトル

Table. 1 Cu+CuO 試料の LCF 解析結果 + SEM 像

	1 μm	5 μm	45 μm	75 μm	150 μm	
Cu						
CuO						
1 μm		31.9	18.5	11.9	4.9	3.6
5 μm		49.6	35.0	21.4	7.0	5.4
300 μm		92.6	83.3	80.9	39.0	46.0
						0~33 % 34~66 % 67~100 %