



## 透過法 XAFS スペクトルの定量精度の確認

野本 豊和, 杉山 信之, 柴田 佳孝, 杉本 貴紀  
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：XAFS, 透過法, 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) の結果は各成分の粒子径に大きく影響を受ける場合があり、CEY と PFY について依存性を調査した。今回は、XAFS の最も基礎となる測定法である透過法に着目し、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、市販試薬の銅粉末および酸化銅 (II) 粉末である。銅粉末は 1  $\mu\text{m}$  (平均粒子径)、5  $\mu\text{m}$  (平均粒子径)、45  $\mu\text{m}$  (M pass)、75  $\mu\text{m}$  (M pass)、150  $\mu\text{m}$  (M pass)、酸化銅 (II) 粉末は 1  $\mu\text{m}$  (平均粒子径)、5  $\mu\text{m}$  (平均粒子径)、300  $\mu\text{m}$  (M pass) 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た。通常用いるダンシングミルを使わず、メノウ乳鉢で粒子を潰さないよう力加減に配慮しながら混合しペレット化した。これらを測定サンプルとし、透過法 (Trans) での XAFS 測定を行った。

### 3. 結果および考察

図 1 に透過法で測定した Cu K-edge XANES スペクトルを示す。図中に示した値 ( $\mu\text{m}$ ) は銅粉末の表記値である。酸化銅粉末は、赤：1  $\mu\text{m}$ 、青：5  $\mu\text{m}$ 、緑：300  $\mu\text{m}$  である。

これらのスペクトルを比べると、粒子径が小さい領域ではスペクトルにほとんど変化がないが、銅粉末 75  $\mu\text{m}$  や酸化銅粉末 300  $\mu\text{m}$  等、大きい領域ではスペクトル形状に変化を与えていることが分かる。これらを LCF 解析すると、成分比に影響を与えることも確認した。

参考文献 1)によると、透過法 XAFS の場合、粒子径が大きくなる等、試料の不均一が増すと、対象サンプルのない空間が増加し、ホール効果が生じると報告されている。本測定でのスペクトルの変化はこの効果によるものと考えられ、CEY や PFY とは別に考察する必要がある。

### 4. 参考文献

- 1) 高橋嘉夫: 岩石鉱物科学 45, 93(2016).

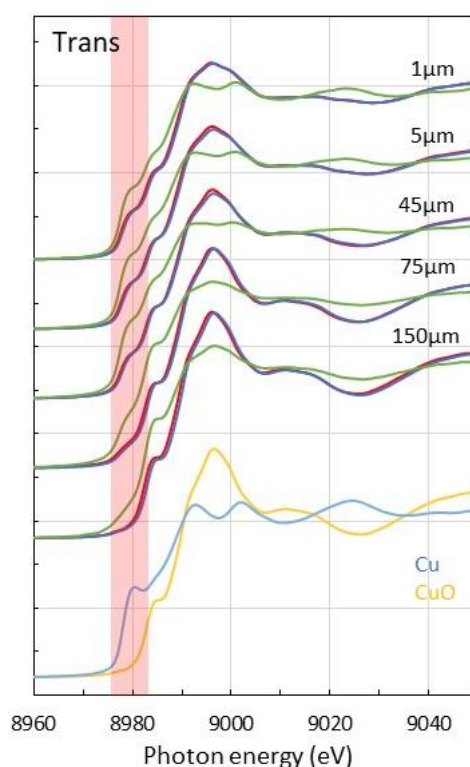


図 1 Cu K-edge スペクトル (透過法)