



XAFS 入門講習会 測定解析実習 (BL5S1)

高濱 謙太郎¹, 廣友 稔樹² 塚田 千恵¹ 村瀬 晴紀³ 福岡 修³

¹名古屋大学, ²スプリングエイトサービス株式会社, ³あいち産業科学技術総合センター

キーワード：XAFS 解析, Athena, 線形結合フィッティング

1. 概要

XAFS は試料中に含まれる特定元素の化学状態やその周囲の局所構造を評価するために有用な測定手法であり、様々な形態の試料（固体・液体・アモルファス等）に適用できることから産業研究における需要が高い。本実習は、硬 X 線 XAFS 測定経験がある若しくは今後硬 X 線 XAFS ビームラインの利用を検討している初心者が、XAFS 測定の基礎及び解析ソフト Athena によるデータ解析の基本的な手順を習得することを目的として行われた。

2. 実習内容

(1) XAFS 測定用ペレット作製の体験

透過法による XAFS 測定のために一般的に行われる、試料と窒化ホウ素をメノウ乳鉢で混合した後に錠剤成型器で押し固めてペレット作製を行う方法について実習を行った。試料と窒化ホウ素の混合が不十分でペレット中の試料粒子の粒径や濃度分布の均一性が低いとスペクトルの S/N 比が低下することを体験するため、粒径が大きい酸化鉄(II)粉末と窒化ホウ素を混合する時間を変えてペレットを作製した。更に、各ペレットの Fe K 吸収端 XAFS 測定を行い、得られたスペクトルを Athena を用いて解析し比較した。

(2) 線形結合フィッティングによる定量解析の体験

酸化銅(I)及び酸化銅(II)粉末を様々な比で混合してペレット状の未知試料を作製し、透過法による Cu K 吸収端 XAFS 測定を行った。得られたスペクトルに対し、標準試料の酸化銅(I)と酸化銅(II)のスペクトルを用いて Athena による線形結合フィッティングを行うことで、酸化銅(I)と酸化銅(II)の混合比を定量的に解析した。Fig. 1.に解析結果の例を示す。この結果から、未知試料中の酸化銅(I)と酸化銅(II)の混合比が 3:1 であることが示された。

(3) 受講者が持参した試料のトライアル測定

今後の利用を検討している受講者が持参した試料のトライアル測定を行い、どのようなデータが得られるかを確かめた。

終了後のアンケート結果は概ね好評であり、受講者が今後の研究の中で XAFS を利用していくために有益な実習が出来たものと思われる。

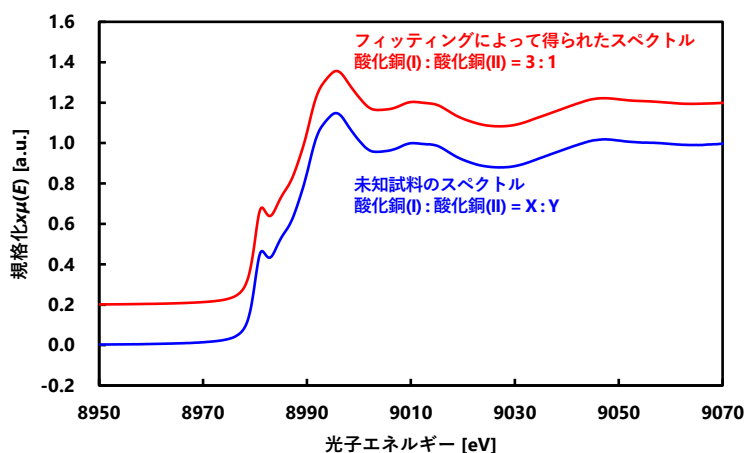


Fig. 1. 線形結合フィッティングによる酸化銅混合物の解析