

XAFS 標準データベースの構築

瀬戸山寛之、菊地守也*、河本正秀、岡島敏浩
九州シンクロトロン光研究センター

X線吸収微細構造測定 (XAFS) は、元素選択性をもった構造研究に用いられる手法であり、着目原子の周辺構造（隣接原子間距離や配位数など）と、その電子状態について情報を得ることができる。その測定対象は、結晶・非晶質に関わらず対応可能であり、適用範囲が広い有用な分析手法である。当センターでも多分野から XAFS 利用研究がおこなわれており、初めて XAFS を利用されるユーザーも多く受け入れている。XAFS 解析時、特に吸収端近傍に着目した X 線吸収端近傍微細構造 (XANES) 解析においては、既知物質の標準スペクトルとの比較を行う指紋認証法が容易であるため、標準物質のデーター取得が必要である。しかしながら、限られたビームタイム中において標準物質の測定を行うことは効率的でない。以上の理由から、我々は、標準的な物質の XAFS スペクトルをユーザーに提供可能なデータベースとして構築することとした。これまでの利用の実績から、鉄、コバルト、ニッケル、銅など遷移元素の金属、酸化物を中心として現在までに 6 元素 17 物質のデーターを蓄積した。BL 測定 PC などから容易に取得できるよう、データベースの構築とユーザーインターフェースの開発を進めるとともに、今後もデーターを順次蓄積していく予定である。

*現在の所属 山形大学工学部



XAFS標準データベースの構築

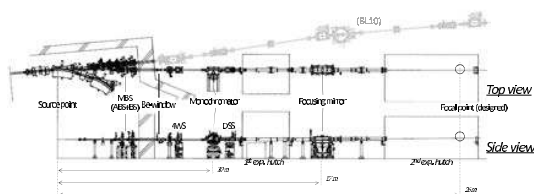
瀬戸山寛之、菊地守也、河本正秀、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

X線吸収微細構造測定(XAFS)は、元素選択性をもった構造研究に用いられる手法であり、着目原子の周辺構造(隣接原子間距離や配位数など)と、その電子状態について情報を得ることができる。当センターでも多分野からXAFS利用研究がおこなわれており、初めてXAFSを利用されるユーザーも多く受け入れている。XAFS解析時、特に吸収端近傍に着目したX線吸収端近傍微細構造(XANES)解析においては、既知物質の標準スペクトルとの比較を行う指紋認証法が容易であるため、標準物質のデータ取得が必要である。そこで、我々は、標準的な物質のXAFSスペクトルをユーザーに提供可能なデータベースとして構築することとした。これまでの利用の実績から、鉄、コバルト、ニッケル、銅など遷移元素の金属、酸化物を中心として現在までに6元素19物質のデータを蓄積した。

Instruments

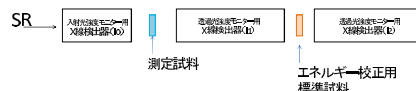
ビームライン構成図(BL11)



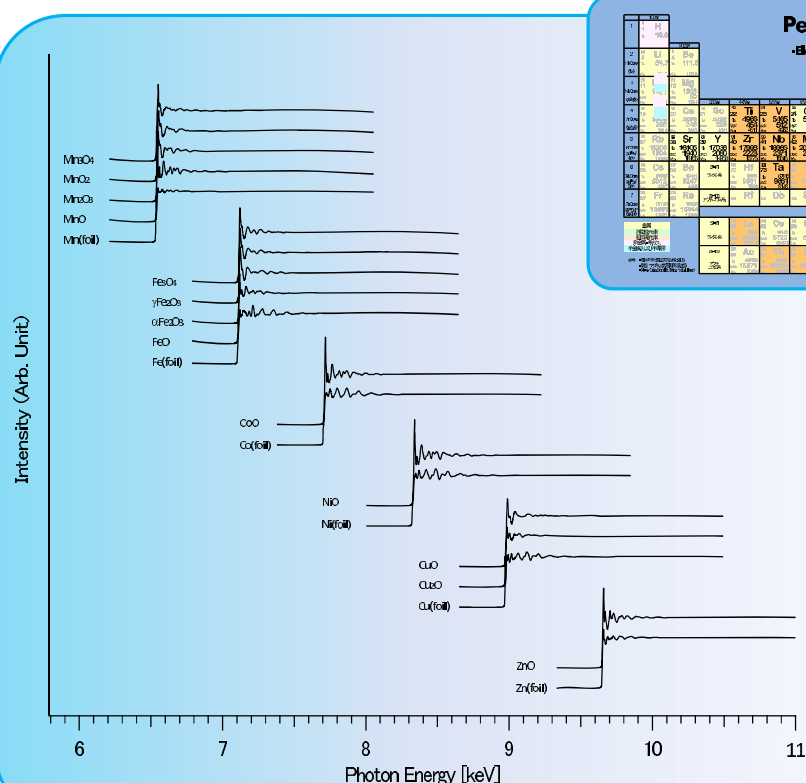
- Source: Bending magnet Critical energy: 1.9 keV, acceptance: 8 mrad (Max)
- Monochromator: Si(111) double crystal, energy range 2.1~23 keV
- Focusing mirror: Bent cylindrical, Rh-coated fused quartz, $R_{\text{critical}}=46.94$ mm
- Measurement methods: Transmission, Fluorescence Yield, Electron Yield
- Typical photon flux: 3×10^{13} photons/sec @ 300 mA, $E_{\text{ph}}=7.2$ keV (not focusing)

透過XAFS測定

- エネルギー校正試料を同時に測定可能となるよう、測定系を再構築した。



Results



Periodic Table

• Electron Binding Energy • Emission lines •

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100

測定を予定している標準試料の一覧(既測定含む)

番号	元素 Element	粉末+2 [μm]	粉末+標準試料+粉末
22	チタン Ti	5	TEOS+TiO ₂ (V2O5)
23	バナジウム V	5	V2O5
24	クロム Cr	2.0 μm	Cr2O3
25	マンガン Mn	40 μm	MnO, Mn2O3, MnCO3, Fe3O4
26	鉄 Fe	75	FeO, Fe2O3, Fe3O4, FeS
27	コバルト Co	4	CoO, Co2O3, Fe3O4
28	ニッケル Ni	6	NiO
29	銅 Cu	75	CuO, Cu2O
30	亜鉛 Zn	0	ZnO
31	ガリウム Ga	40 μm	Ga2O3, GaN
32	ゲルマニウム Ge	-	GeO2
33	アスベスト As	5	As2O3
34	セレン Se	5	SeO2
35	臭素 Br	5	Br2
36	ヨウ素 I	5	I2
37	バリウム Ba	5	BaCO3
38	ラジウム Ra	5	RaCO3
39	カリウム K	5	K2CO3
40	カルシウム Ca	5	CaCO3
41	スカンジウム Sc	5	Sc2O3
42	チタン Ti	5	TiO2
43	バナジウム V	5	V2O5
44	クロム Cr	5	Cr2O3
45	マンガン Mn	5	MnO, Mn2O3, MnCO3
46	鉄 Fe	5	FeO, Fe2O3, Fe3O4
47	コバルト Co	5	CoO, Co2O3
48	ニッケル Ni	5	NiO
49	銅 Cu	5	CuO, Cu2O
50	亜鉛 Zn	5	ZnO
51	ガリウム Ga	5	Ga2O3
52	ゲルマニウム Ge	5	GeO2
53	アスベスト As	5	As2O3
54	セレン Se	5	SeO2
55	臭素 Br	5	Br2
56	ヨウ素 I	5	I2
57	バリウム Ba	5	BaCO3
58	ラジウム Ra	5	RaCO3
59	カリウム K	5	K2CO3
60	カルシウム Ca	5	CaCO3
61	スカンジウム Sc	5	Sc2O3
62	チタン Ti	5	TiO2
63	バナジウム V	5	V2O5
64	クロム Cr	5	Cr2O3
65	マンガン Mn	5	MnO, Mn2O3, MnCO3
66	鉄 Fe	5	FeO, Fe2O3, Fe3O4
67	コバルト Co	5	CoO, Co2O3
68	ニッケル Ni	5	NiO
69	銅 Cu	5	CuO, Cu2O
70	亜鉛 Zn	5	ZnO
71	ガリウム Ga	5	Ga2O3
72	ゲルマニウム Ge	5	GeO2
73	アスベスト As	5	As2O3
74	セレン Se	5	SeO2
75	臭素 Br	5	Br2
76	ヨウ素 I	5	I2
77	バリウム Ba	5	BaCO3
78	ラジウム Ra	5	RaCO3
79	カリウム K	5	K2CO3
80	カルシウム Ca	5	CaCO3
81	スカンジウム Sc	5	Sc2O3
82	チタン Ti	5	TiO2
83	バナジウム V	5	V2O5
84	クロム Cr	5	Cr2O3
85	マンガン Mn	5	MnO, Mn2O3, MnCO3
86	鉄 Fe	5	FeO, Fe2O3, Fe3O4
87	コバルト Co	5	CoO, Co2O3
88	ニッケル Ni	5	NiO
89	銅 Cu	5	CuO, Cu2O
90	亜鉛 Zn	5	ZnO
91	ガリウム Ga	5	Ga2O3
92	ゲルマニウム Ge	5	GeO2
93	アスベスト As	5	As2O3
94	セレン Se	5	SeO2
95	臭素 Br	5	Br2
96	ヨウ素 I	5	I2
97	バリウム Ba	5	BaCO3
98	ラジウム Ra	5	RaCO3
99	カリウム K	5	K2CO3
100	カルシウム Ca	5	CaCO3

まとめと今後の予定

- 現在までに、鉄、コバルト、ニッケル、銅など遷移元素の金属、酸化物を中心として6元素19物質のデータを蓄積した。今後もデータベースを拡充していく予定である。
- BL測定PCからDLできるよう、ユーザーインターフェースの開発を進める。