

XAFS 標準データベースの構築（その2）

瀬戸山寛之、村上大樹*、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・非晶質など多岐にわたり、多分野からのユーザーを受け入れている。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、比較となる標準物質のスペクトル取得が必須である。しかし、限られたビームタイム中において多数の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、標準的な物質のデータベース構築を進めている。前回、遷移元素の金属、酸化物を中心とした6元素17物質のXAFS スペクトル（主にK吸収端）のデータを蓄積したことを報告した。昨年度も、引き続きデータベースの拡充を行い、現在25物質（10元素）のデータが利用できるようになった。

*現在の所属 九州大学先導物質化学研究所



XAFS標準データベースの構築 (その2)

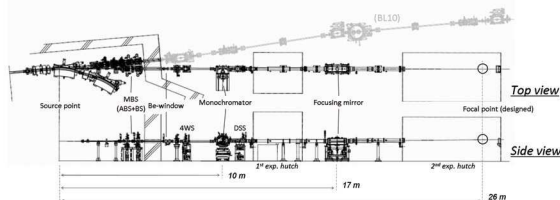
瀬戸山寛之、村上大樹、河本正秀、岡島敏浩

九州シンクロtron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・非晶質など多岐にわたり、多分野からのユーザーを受け入れている。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、比較となる標準物質のスペクトル取得が必須である。しかし、限られたビームタイム中において多数の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、標準的な物質のデータベース構築を進めている。前回、遷移元素の金属、酸化物を中心とした6元素17物質のXAFSスペクトル(主にK吸収端)のデータを蓄積したことを報告した。昨年度も、引き続きデータ蓄積を進め、現在56物質(29元素)のデータが利用できるようになった。

Instruments

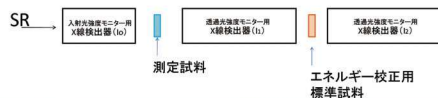
ビームライン構成図(BL11)



- 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, $R_{\text{cylindrical}}=46.94$ mm
- Measurement methods: Transmission, Fluorescence Yield, Electron Yield
- Typical photon flux: 3×10^{19} photons/sec @ 300 mA, $E_h=7.2$ 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

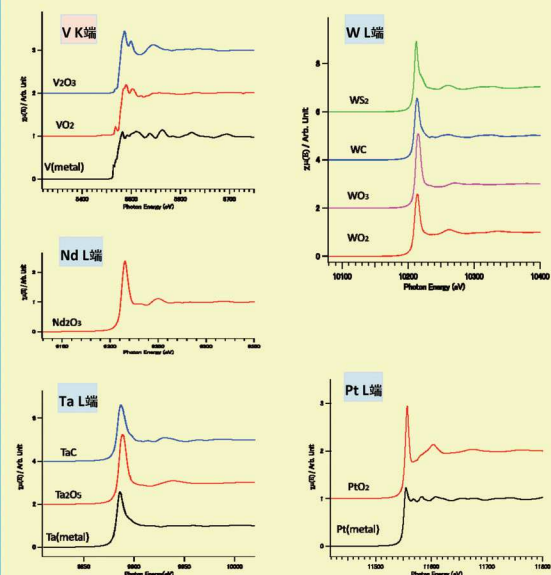
XAFSデータを取得した標準試料

原子番号 Z	元素/Element	Edge	箔/Foil #1 (μm)	粉末(BN希釈ペレット)/Pellet
22	チタン	Ti K	6	TiO ₂ (rutile) TiO ₂ (anatase)
23	バナジウム	V K	5	VO ₂ V ₂ O ₃
24	クロム	Cr K	2 (on Al)	Cr ₂ O ₃
25	マンガン	Mn K	400 mesh	MnO ₂ Mn ₂ O ₃
26	鉄	Fe K	7.5	FeO α-Fe ₂ O ₃ γ-Fe ₂ O ₃ Fe ₃ O ₄
27	コバルト	Co K	4	CoO LiCoO ₂
28	ニッケル	Ni K	6	NiO
29	銅	Cu K	7.5	CuO Cu ₂ O
30	亜鉛	Zn K	10	ZnO
31	ガリウム	Ga K	-	Ga ₂ O ₃ GaN
34	セレン	Se K	400 mesh	-
35	臭素	Br K	-	NaBr
38	ストロンチウム	Sr K	-	SrTiO ₃
39	イットリウム	Y K	-	Y ₂ O ₃
40	ジルコニウム	Zr K	20	-
41	ニオブ	Nb K	25	-
42	モリブデン	Mo K	15	-
46	パラジウム	Pd K	25	-
47	銀	Ag K	25	-
50	スズ	Sn K	50	SnO ₂ SnO ₂ ·xH ₂ O
51	アンチモン	Sb K	50	-
60	ネオジム	Nd L ₂	-	Nd ₂ O ₃
63	ユーロピウム	Eu L ₂	-	Eu ₂ O ₃
66	ディズプロシウム	Dy L ₂	-	Dy ₂ O ₃
73	タンタル	Ta L ₂	5	Ta ₂ O ₅ TaC
74	タングステン	W L ₂	-	WO ₂ WO ₃ WC WS ₂
78	白金	Pt L ₂	7.5	PtO ₂
79	金	Au L ₂	5	-
82	鉛	Pb L ₂	10	-

*1. EXAFS Materials, Inc. 社

*2. K端およびL₂端の両方の標準試料を作成した。

標準試料のXAFSスペクトル (XANES領域の比較)



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、酸化物など、産業利用等に用いられている物質を中心とした29元素35物質のXAFSデータを蓄積した。今後は、ユーザーインターフェースのブラッシュアップを進めるとともに、必要に応じてデータの蓄積を進めていく予定である。