



# 九州シンクロトン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：2006056S

B L 番号：BL11

(様式第 5 号)

## 薄膜試料測定用の温湿度制御蛍光 XAFS セルの開発 Development of humidity-controlled fluorescence XAFS cell for thin film sample measurements

上原 広充<sup>1</sup>, 西堀 麻衣子<sup>2</sup>  
Hiromitsu Uehara, Maiko Nishibori

<sup>1</sup>三井金属鉱業株式会社, <sup>2</sup>九州大学大学院総合理工学府

<sup>1</sup>Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.,

<sup>2</sup>Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開 {論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表} が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

### 1. 概要（注：結論を含めて下さい）

軟 X 線領域での Operando XAFS 測定用のセルを作製し、加湿雰囲気下での検討を行った。その結果、設計したセルでは加湿雰囲気での X 線強度の減衰が顕著であり、SN 比が高く、解析に耐えうるスペクトルを収集するには至らなかった。

#### (English)

We prepared SX-XAFS chamber for operando measurements. Desired XAFS spectra were not obtained because of serious attenuation of incident X-ray by humid atmosphere.

### 2. 背景と目的

触媒材料や電池材料などを動作環境下にて測定する、いわゆる Operando 測定は、その反応機構や劣化メカニズム解明のために非常に有用である。中でも硬 X 線を利用した測定は、透過力が高いためサンプルの加工無しに測定できることが多い。そのため汎用的な測定セルが放射光施設に常設されるなどして、広く用いられる技術となりつつある。一方で、4 keV 以下の軟 X 線は空気や光路上の部材等で容易に減衰されてしまうため、専用の環境制御装置が必要となる等、測定のハードルが高い。

軟 X 線領域に K 吸収端を持つ軽元素は、機能性材料の特性発現に直接的にかかわることが多いため、その構造変化や化学状態を Operando 条件で同定することは非常に有用で、企業におけるニーズも非常に高い。本課題では、低濃度の軽元素を加湿条件下で精度よく測定するための測定セルを作製し、薄膜状のテストサンプルに対する測定をテングダー X 線領域で実施し、作製したセルの問題点を洗い出すことを目的とした。

### 3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

今回作製したセルは、SDD検出器を発光点に近づけられるようサンプル加熱ステージ周辺のクリアランスを確保した構造とした。また、可能な限り空気中や飽和蒸気中を通るX線の光路を短くするため、サンプル周辺をポリイミドフィルムで隔離し、サンプル周辺のみ相対湿度を制御する構造とした。

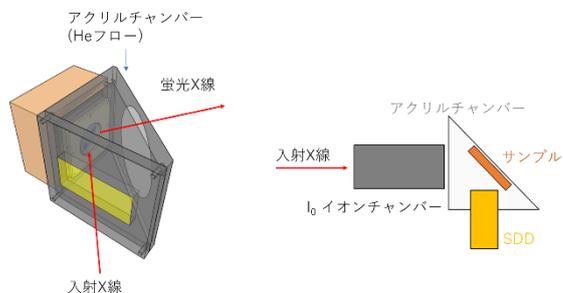


図1 作製したセルの模式図

### 4. 実験結果と考察

今回設計したセルでは、加湿雰囲気でのX線強度の減衰が顕著に見られ、解析に耐えうるSN比の高いスペクトルを得るには至らなかった（図2）。しかしながら、今回の検討において、検出器と試料加湿部の距離やチャンバそのものの大きさなど、設計上での改善点を多数抽出することができた。特に、セル内部のガス置換効率が悪い点（現状では容積は約250 cm<sup>3</sup>）、およびX線窓材料の選択については改良の余地が十分あることから、今後に繋がる重要な技術的な知見が得られたと考えている。

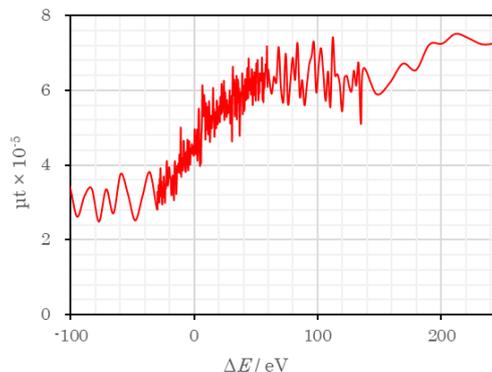


図2 本セルを用いた測定結果例

### 5. 今後の課題

さらに高感度で蛍光X線シグナルが得られるよう、セル設計の改善を行う。また、実験中のサンプル位置調整が容易となるよう、治具にX, θ軸を取り付けた形とする。

真空を必ずしも必要としないコンセプトの測定セルは、電池材料・触媒材料・吸着材料・センサーデバイス等の計測に汎用的に使用できるものとなる。そのため、本実験の結果を基に使用部材やセル設計を改良することで、将来的には分光と回折の同時計測が実施できるセルに拡張し、様々な機能性材料のテンダーX線領域でのOperando計測が可能なものになりたいと考えている。

### 6. 参考文献

なし

### 7. 論文発表・特許（注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果）

なし

### 8. キーワード（注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3）

Operando XAFS、軟X線

9. 研究成果公開について（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末（2021年3月31日）となります。）

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告（報告時期： 年 月）  
② 研究成果公報の原稿提出（提出時期： 2022年 3月）