

## 国内施設横断硬 X 線 XAFS ラウンドロビン実験への取組み

瀬戸山寛之<sup>1</sup>、岡島敏浩<sup>1,2</sup>、妹尾与志木<sup>1</sup>

<sup>1</sup>九州シンクロトロン光研究センター

<sup>2</sup>あいちシンクロトロン光センター

X 線吸収端微細構造 (XAFS) 測定は、元素選択性をもった局所的な構造研究に用いられる手法である。得られたスペクトルの解析から、着目原子の周辺構造 (隣接原子間距離や配位数など) や、電子状態などについて情報を得ることができる。測定対象は、試料形態 (固体・液体) や、結晶・非晶質に関わらず、XAFS 測定は幅広い分野の試料に対して適用することができる。XAFS 測定が可能なビームライン (BL) は国内に多数存在する一方で、施設や機器構成等が異なる BL で測定した際に「データの互換性」をどのように担保するか、が問題になっている。そのような背景を踏まえ、当センターでは、国の委託事業である光ビームプラットフォーム事業の一環として、国内の放射光施設と連携したラウンドロビン実験に参画し、測定データの標準化に関し取り組んできた。

本報告では、硬 X 線 XAFS ラウンドロビン実験への当センターの取組みと、各 BL で取得した XAFS スペクトルの比較検討を行った結果について報告する。BL のエネルギー分解能、S/N 比などの違いについて検討を進めることで、施設や BL の特徴などの知見を施設間で共有することが可能になる。これらの知見はセンターの XAFS 測定技術の向上やユーザー利用の高度化に繋がると考えられる。

# 国内施設横断硬X線XAFSラウンドロビン実験への取組み

瀬戸山寛之<sup>1</sup>、岡島敏浩<sup>1,2</sup>、妹尾与志木<sup>1</sup>

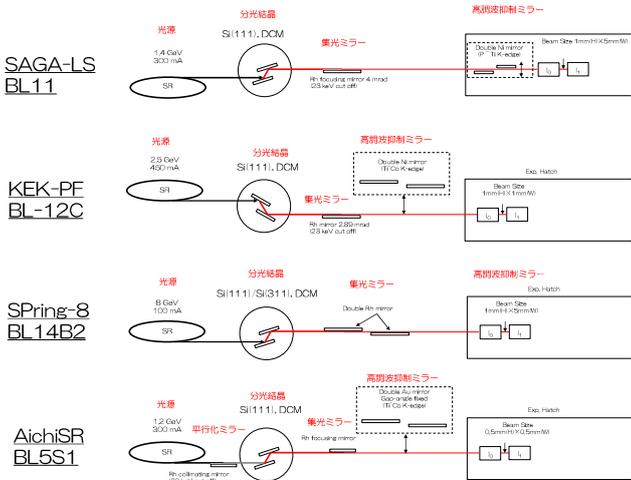
<sup>1</sup>九州シンクロトロン光研究センター  
<sup>2</sup>あいちシンクロトロン光センター

## 概要

X線吸収端微細構造 (XAFS) 測定は、元素選択性をもった局所的な構造研究に用いられる手法である。得られたスペクトルの解析から、着目原子の周辺構造 (隣接原子間距離や配位数など) や、電子状態などについて情報を得ることができる。測定対象は、試料形態 (固体・液体) や、結晶・非晶質に関わらず、XAFS測定は幅広い分野の試料に対して適用することができる。XAFS測定が可能なビームライン (BL) は国内に多数存在する一方で、施設や機器構成等が異なるBLで測定した際に「データの互換性」をどのように担保するか、が問題になっている。そのような背景を踏まえ、当センターでは、国の委託事業である光ビームプラットフォーム事業の一環として、国内の放射光施設と連携したラウンドロビン実験に参加し、測定データの標準化に関し取り組んできた。

本報告では、硬X線XAFSラウンドロビン実験への当センターの取組みと、各BLで取得したXAFSスペクトルの比較検討を行った結果について報告する。BLのエネルギー分解能、S/N比などの違いについて検討を進めることで、施設やBLの特徴などの知見を施設間で共有することが可能になる。これらの知見はセンターのXAFS測定技術の向上やユーザー利用の高度化に繋がるものと考えている。

## RRに参画した代表的ビームラインの構成



## 硬X線XAFS-RR実験の進め方

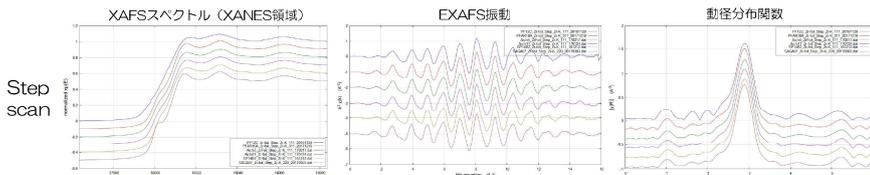
段階	実験の目的	測定試料
Phase 1 施設間の共通性	共通標準試料を用いた測定 <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ 施設の現状把握</li> <li>✓ 共通箇所/施設特有性の把握</li> <li>✓ 測定スペクトルの再現性評価</li> <li>✓ スタッフの技術交流</li> </ul>	金属箔・酸化物 Ti, TiO <sub>2</sub> , Cu, CuO, Pt, PbO, Zr, ZrO <sub>2</sub> など
Phase 2 施設間の差異の認識	微量サンプルの測定 <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ 仕様(性能)上は、各BL・施設の測定可能範囲内であるが、差異が出やすい系を用いて、その差(特徴)を明確にする</li> </ul>	低濃度試料 CuO 1~1000 ppm Cu <sub>2</sub> O 1~1000 ppm
Phase 3 実材料のデータ標準化	実試料の測定 <ul style="list-style-type: none"> <li>✓ 一般公開可能な、実試料の測定</li> </ul>	触媒学会 参照触媒
(Phase 4) その他のHX-XAFS専用BLや、HX-XAFS測定が可能な共用(公開)BL	SPring-8およびKEK-IMSS-PF、SAGA-LS、AichiSRで、HX-XAFSの測定が可能なBLでのRR実験の実施	

## 測定データ集作成への協力、および簡易解析結果例

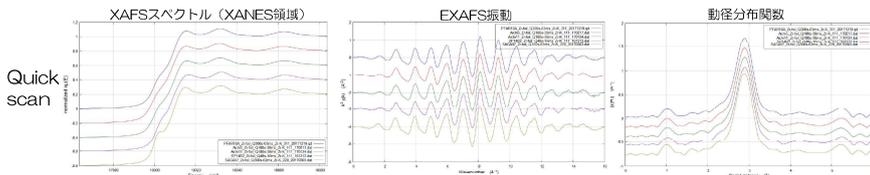
### 取得XAFSスペクトルおよび簡易解析結果の例 (Zr K端測定: Zr 箔)

• Sample: Zr foil (20 μm) ニラコ社製

透過法  
 I0: イオンチャンバー: 140mm(S型), 1000V, Ar 50%/N<sub>2</sub> 50%  
 I1: イオンチャンバー: 280mm(L型), 1000V, Ar 75%/Kr 25%



- ステップスキャンでの各施設・BLのスペクトルを比較したグラフ。
- スペクトルの並びは下から順に、SAGA-LS BL07, SPring-8 BL14B2, あいちSR BL11S2, あいちSR BL5S1, PF-AR NW10A, PF BL12C



- クイックスキャンでの各施設・BLのスペクトルを比較したグラフ。
- スペクトルの並びは下から順に、SAGA-LS BL07, SPring-8 BL14B2, あいちSR BL11S2, あいちSR BL5S1, PF-AR NW10A

### ▶ 簡易解析結果の一覧 (第1配位 フィットting)

Facility - BL	Mode	R-factor	S <sub>z</sub>	R-factor
PF-BL-12C	Step	0.887	0.012	-
PF-AR NW10A	Step	0.932	0.008	-
	Quick (63ms)	0.927	0.008	-
SPring-8 BL14B2	Step	0.930	0.0123	-
	Quick	0.921	0.0121	-
AichiSR BL5S1	Step	0.911	0.014	-
	Quick (33ms)	0.908	0.0120	-
AichiSR BL11S2	Step	0.917	0.0108	-
	Quick (11ms)	0.909	0.0115	-
SAGA-LS BL07	Step	0.888	0.0093	-
	Quick (62ms)	0.908	0.0087	-

fitting R空間: R: 1.5~3.5, k: 3~14.5  
 モデル構造: J. Appl. Phys. 1956, 27, 1040 (NIMS Atom Work cif: 4295521200-1-2)

ZrのXAFSのうち、XANES領域に光源や分光品の違いに由来するエネルギー分解能の差が見て取れるが、おおむね一致したスペクトルとなっている。Zrの常温における安定相は六方最密充填構造 (HCP) であり、Zrの配位数は12である。上表のS<sub>z</sub>はこれに基づいて、Pb<sub>z</sub>/mnc構造をモデルに解析した結果である。値のばらつきは小さく、施設・ビームライン間や異なる測定モード(Step or Quick)で同等な測定結果が得られることを示している。



取得したデータの中から代表的なXAFSスペクトルを選択して簡易解析を実施した。左図は、担当した簡易解析結果の一部である。取得データと共に、これら解析結果を収録したスペクトルデータ集 (DVDで頒布中) の作成に協力した。

## まとめ

- ◆ 硬X線ラウンドロビン実験に取り組むことにより、以下の知見・経験を得ることが出来た。
  - 各施設・BLでの「標準試料」のXAFSスペクトル取得。
  - 各施設・BLのビームラインスタッフ間での情報共有
  - 各施設・BL機器等の共通点・相違点等の技術共有
- ◆ 新規・既存ユーザーへの、BL選定に資する情報を提供/公開した。

## 謝辞

- ◆ 本研究は、以下の事業にて実施いたしました。  
 「文部科学省先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業 光ビームプラットフォーム」