

## 部分蛍光 XAFS 測定法の開発

瀬戸山寛之、岡島敏浩

九州シンクロtron光研究センター ビームライングループ

X 線吸収微細構造(XAFS)測定は、放射光利用の主な手法のひとつであり、九州シンクロtron光研究センターにおいても多くのユーザーが利用している。XAFS 測定の手法の一つである蛍光 X 線収量(Fluorescence Yield:FY)法では、発せられる全ての蛍光 X 線を検出する方法(TFY 法)と、任意の元素の特性 X 線に注目した部分蛍光収量(PFY)法の 2 種類がある。前者は検出器等のコストも抑えられる簡便な方法であるが、目的とする元素以外の X 線も取り込むためバックグラウンドレベルが高く、微量元素の検出には不向きである。一方後者は、エネルギー弁別能を持つ検出器を用いて特定のエネルギーの蛍光 X 線を検出できるため、測定対象元素からの蛍光 X 線を検出することができる。そのため、微量元素の検出には PFY 法が向いている。しかし、昨今の新規材料開発においては極微量元素の存在による機能発現が重要視されており、従来よりも精度の高い XAFS スペクトルの取得が望まれている。そのため我々は、PFT 法において微量元素の検出下限を下げることでできない要因として考えられる①近接するエネルギーの他元素からの蛍光 X 線、②弾性散乱 X 線、③非弾性散乱 X 線、等を分離することを目的とし、半導体 X 線検出器であるシリコンドリフトディテクター(SDD)を用いた部分蛍光 XAFS 測定法を開発を行った。これにより、試料から発生する蛍光 X 線すべてをエネルギー弁別して取得し、その後任意のエネルギー範囲(ROI)からのシグナルを抽出して XAFS スペクトルへの変換を行うことに成功した。今後は、電池材料や半導体分野における極微量成分のデータ取得への適用を検討していく予定である。

---



# 部分蛍光XAFS測定法の開発

瀬戸山寛之、河本正秀、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

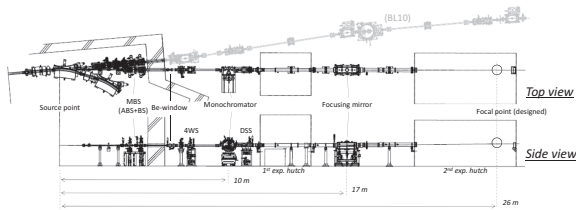
## 概要

放射光利用の主な手法のひとつであるX線吸収微細構造(XAFS)測定の手法の一つである蛍光X線収量(Fluorescence Yield:FY)法には、資料から発せられる全ての蛍光X線を検出する方法(TFY法)と、任意の元素の特性X線に注目した部分蛍光収量(PFY)法の2種類がある。前者は検出器等のコストも抑えられる簡便な方法であるが、目的とする元素以外のX線も取り込むためバックグラウンドレベルが高く、微量元素の検出には不向きである。一方後者は、エネルギー弁別能を持つ検出器を用いて特定のエネルギーの蛍光X線を検出するため、測定対象元素からの蛍光X線を検出することができることから、PFY法は微量元素の検出に向いている。しかし、昨今の新規材料開発においては極微量元素の存在による機能発現が重要視されており、従来よりも精度の高いXAFSスペクトルの取得が望まれている。

そのため我々は、PFT法において微量元素の検出下限を下げることでできない要因として考えられる①近接するエネルギーの他元素からの蛍光X線、②弾性散乱X線、③非弾性散乱X線、等を分離することを目的とし、半導体X線検出器であるシリコンドリフトディテクター(SDD)を用いた部分蛍光XAFS測定法の開発を行った。

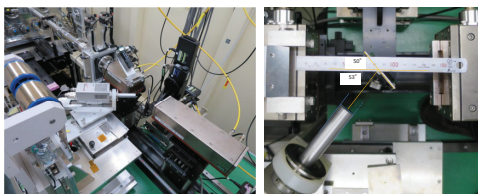
## ビームラインおよび計測機器

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,  $R_{sagittal}=46.94$  mm
- Measurement methods: Transmission, Fluorescence Yield, Electron Yield
- Typical photon flux:  $3 \times 10^9$  photons/sec @ 300 mA,  $E_{ph}=7.2$  keV (not focusing)

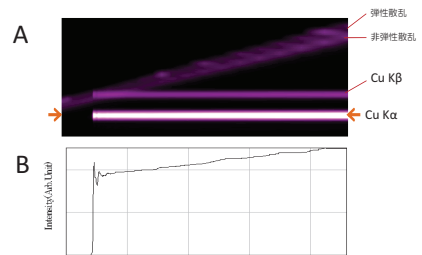
XAFS測定配置(蛍光X線収量法)



- 検出器: シリコンドリフト検出器(SDD)
- 試料: 銅粉末, BNペレット(厚さ1mm)
- 入射角(入射光/試料角):  $50^\circ$
- 検出器角:  $53^\circ$

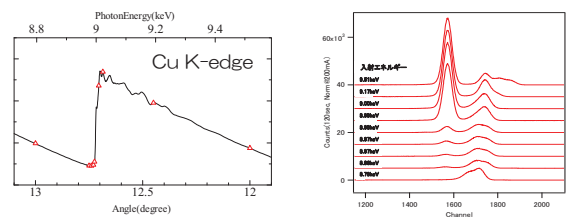
## 測定ソフトウェアの開発

BL11にて運用中のSDD検出器(Vortex<sup>®</sup>SII社)に、新規導入したマルチチャンネルアライザー(Mercury<sup>®</sup>XIA社)を組み合わせ、XAFS測定ソフトウェアを開発した。



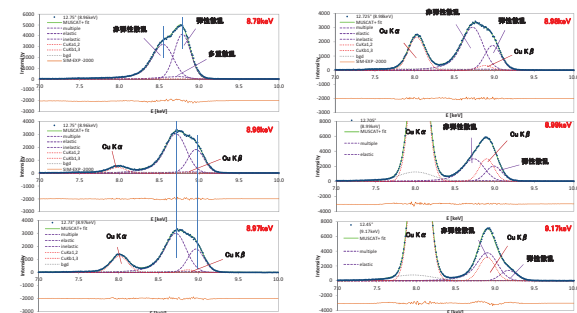
上図は、酸化銅(CuO)を用いて取得したCu-K端近傍の、SDD全チャンネルデータを2次元表示したものの(図A)。横軸が入射光エネルギー、縦軸がSDDチャンネルに相当する。また、その2次元表示からCu-K $\alpha$ 線(矢印部分)の信号強度をプロットしたものの(図B)は、通常の部分蛍光収量XAFSスペクトルに相当する。

## 測定結果



Cu粉末(BNペレット)のXAFSスペクトル(黒線)。

任意のエネルギー位置(左図の△位置を参照)での蛍光X線スペクトル。



弾性散乱、非弾性散乱の計算は以下の論文をもとに行った。  
M. Brancewicz, M. Itho, Y. Sakurai, J. Synchrotron. Rad., 23 (2016) 244.

各蛍光X線スペクトルの成分分離結果。吸収端前のスペクトル(8.79keV)では、主に弾性散乱、非弾性散乱が観測されているが、吸収端境界からCuの特性X線(K $\alpha$ )が観測されている。吸収端を超えると、K $\alpha$ 線の強度が支配的になる様が見取れる。

## まとめ

BL11にて、シリコンドリフト検出器を用いて、試料から発生する蛍光X線すべてをエネルギー弁別して取得し、その後任意のエネルギー範囲(ROI)からの信号を抽出してXAFSスペクトルを取得するPFY法XAFS測定を開発した。今後は、電池材料や半導体分野における極微量成分のデータ取得への適用を検討していく予定である。