

XAFS法を用いた化学状態分析について

1. はじめに

一般的には、材料の酸化・還元や価数などといった化学状態を評価する際、X線光電子分光装置やX線回折装置、ラマン分光測定装置などが使用されます。

化学状態の評価は、対象元素や結晶性、液体や固体といった物質の状態によって使用機器や分析の難しさが分かれるため、多くの評価手法を確立しておくことが重要になります。

2. XAFS (X線吸収微細構造) 法の概要

XAFS法は、数ppmから数十%まで幅広い濃度の試料にも対応できるため、汎用性が高い測定手法です。さらに、得られたスペクトルは価数や空軌道の状態密度といった電子構造に加え、局所的な構造も反映されるため、物質の定性が非常にし易い手法でもあります。

XAFS法の主な測定手法を図1に示します。

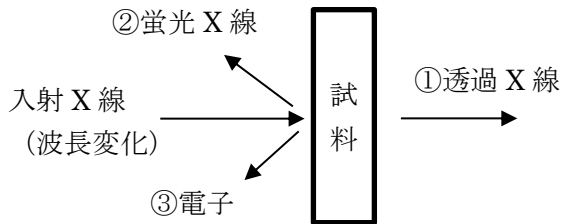


図1 XAFS法の検出信号

XAFS法は特定の波長（エネルギー）に対するX線の吸収係数を測定することで、対象とする元素に対応した吸収スペクトルを得る手法です。X線の吸収係数を測定する方法としては、図1中①の様に、単純に入射X線と透過X線の強度比を得ること（透過法）でも可能です。ただし、この方法だと試料そのもののX線透過率や対象元素の濃度や均一性を調整する必要があります。一方、X線の吸収係数を、放出された蛍光X線の量で換算する方法（蛍光収量法：図1中②）や、放出された光電子やオージェ電子によって電離したイオン電流値で換算する方法（転換電子収量法：図1中③）があります。これら3手法は、試料形態や対象元素の濃度によって適切に選択し

ます。

3. XAFS法測定例（鉄系材料）

鉄は、酸化雰囲気ではFeOやFe₂O₃、Fe₃O₄、FeOOHなど様々な化学状態を取りえる物質です。

例えば鋼材や陶磁器表面の鉄を分析する際、これらの化学状態を判別するための分析手法は少なく、XAFS法が最適に近い方法となります。

図2に各種鉄系材料のXAFSスペクトルを、解析ソフトウェアAthena¹⁾を用いて描画した結果を示します。

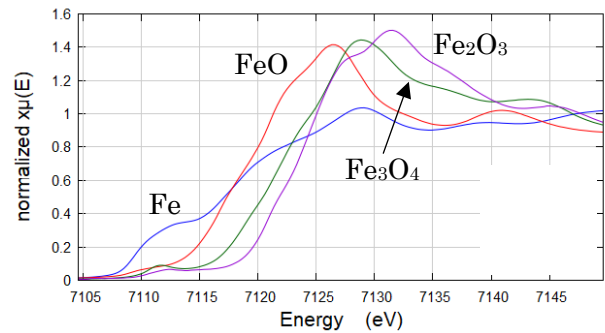


図2 各種鉄系材料のXAFS測定結果

図2より、各種でスペクトルが異なり、これら化学状態の判別が容易であることが分かります。

また、リニアコンビネーションフィッティングという解析方法を用いて、実際の試料のスペクトルから、どの化学状態がどの程度の比率で存在しているかを算出することも可能です。

4. おわりに

XAFS法は高輝度で波長が連続的なX線源を必要とするため、シンクロトロン光の利用が適している手法です。利用相談については、あいちシンクロトロン光センターの産業利用コーディネータもしくは当センターにお問合せ下さい。

参考文献

- 1) B. Ravel and M. Newville, ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT, *Journal of Synchrotron Radiation*, **12**, 537–541 (2005)

技術支援部 シンクロトロン光活用推進室 福岡修 (0561-76-8315)

研究テーマ： 微量元素の蛍光X線マッピング精度向上に関する研究

担当分野： X線計測分析