

## 第二回SPring-8産業利用報告会

# 二次元XAFSによる価数分布評価

(株)豊田中央研究所 山口聡、野中敬正

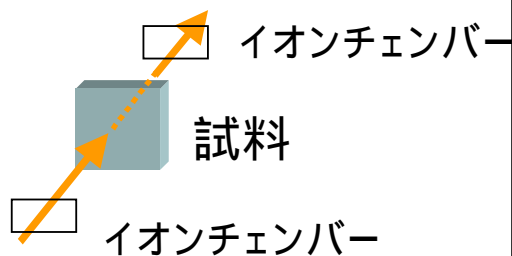
【5社共同実験】

三洋電機、住友電気工業、電力G、松下テクノロジー

1. 測定方法
2. Mn酸化物の観察
3. 入射X線の評価

# 1-1. 測定方法(測定原理)

## 透過XAFS法



入射X線  
エネルギー変化

## 透過X線のイメージング

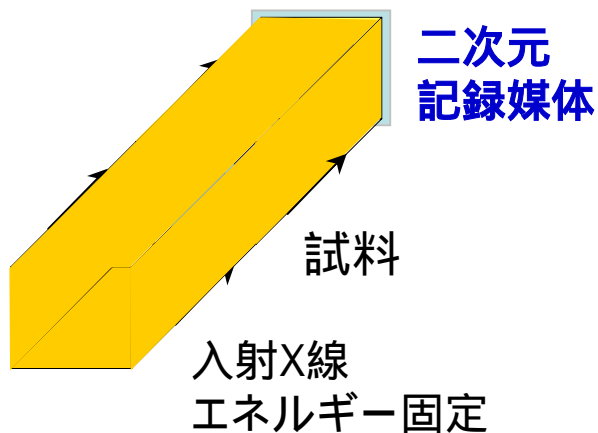
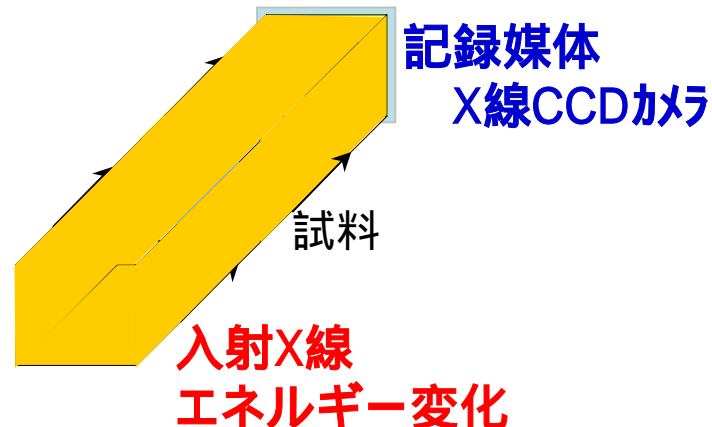


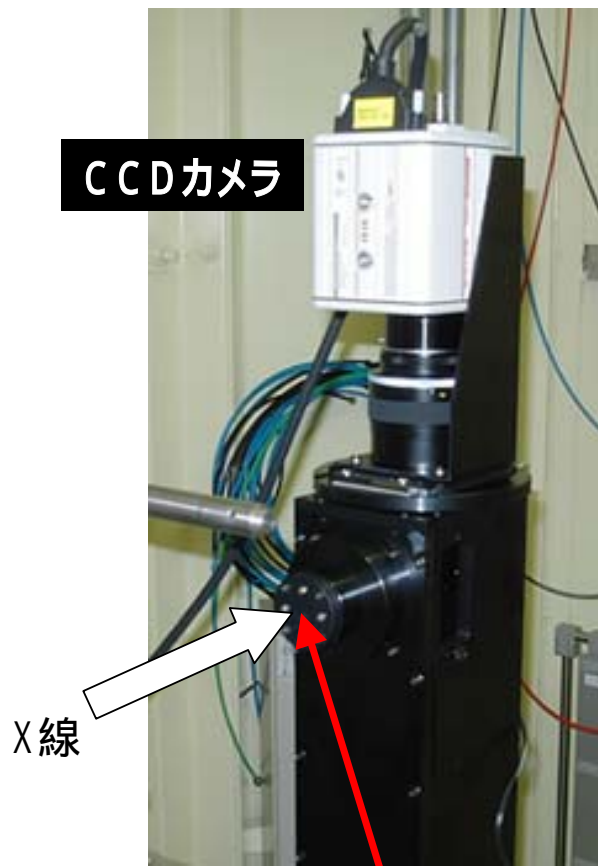
図1 測定原理概略図

## 二次元XAFS



記録媒体の各ピクセルが一つのカウンターとなり、  
原理的にはピクセルごとのXAFS測定ができる。

## 1-2.測定方法(検出器)

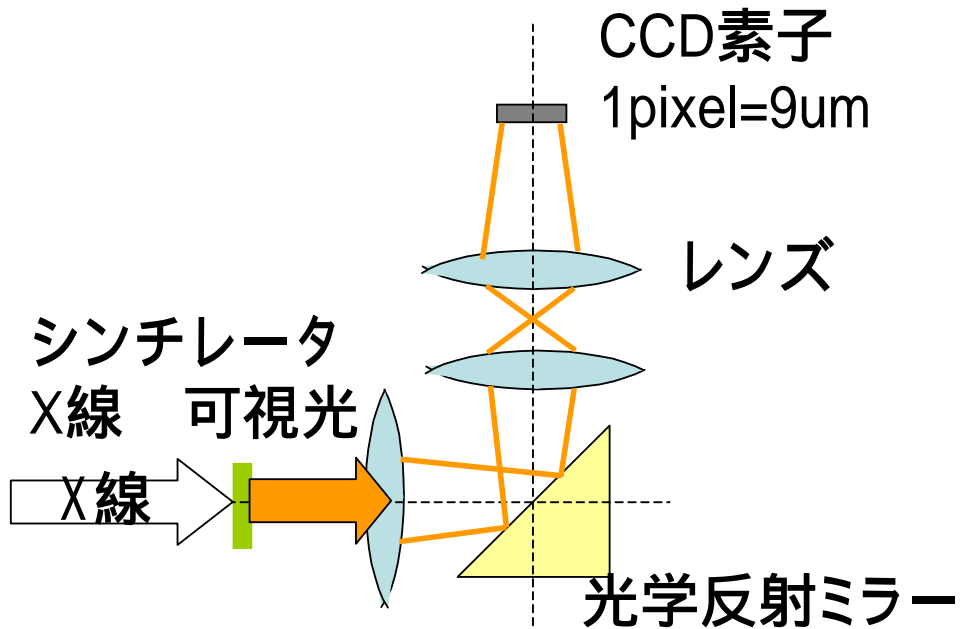


CCDカメラ

X線

シンチレータ  
YAG, CsI

図2 X線CCDカメラシステム



CCDカメラのスペック

1pixel=9um

2000 x 2000 pixel(18mm )

10bit階調(1024)

シンチレータ

YAG ...高分解能/低感度

CsI ...低分解能/高感度

## 2-1. Mn酸化物の観察

### 【目的】

同一元素で価数の異なる化合物が不均一に混在する系において吸収端近傍のエネルギーで吸収像を撮ることにより、化合物を区別できるか検証する。

### 【試料】

- MnO (2価)
- MnO<sub>2</sub> (4価)
- KMnO<sub>4</sub> (7価)

のXAFS測定用のペレットをそれぞれ作製する。それらを適当に割り、スコッチテープ上にのせる。

### 【実験】

Mn-K吸収端をまたぐエネルギー、およそ1eVステップで吸収像(I像)をX線CCDで撮影。入射X線強度分布を得るために試料無しで同じ条件でX線CCD像(I<sub>0</sub>像)を得る。

シンチレータはCsIを使用。露出時間は2秒。

## 2-2. Mn酸化物の観察(結果1)

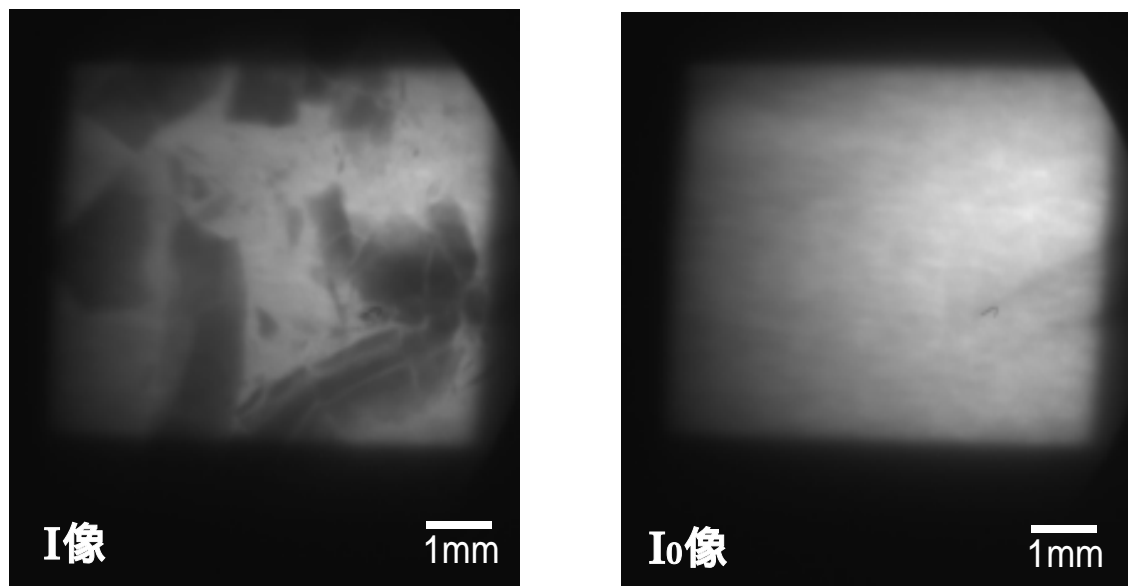


図3 I像およびI<sub>0</sub>像 @6531.3eV  
(白いほどX線強度が強い)

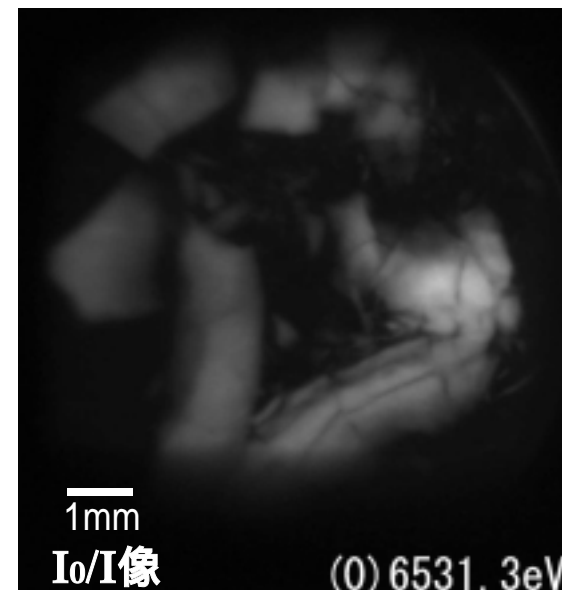
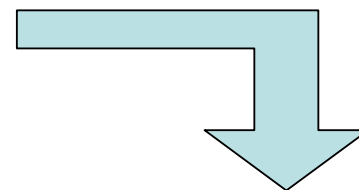


図4 I<sub>0</sub>/I像 @6531.1eV  
(白いほど吸収大)

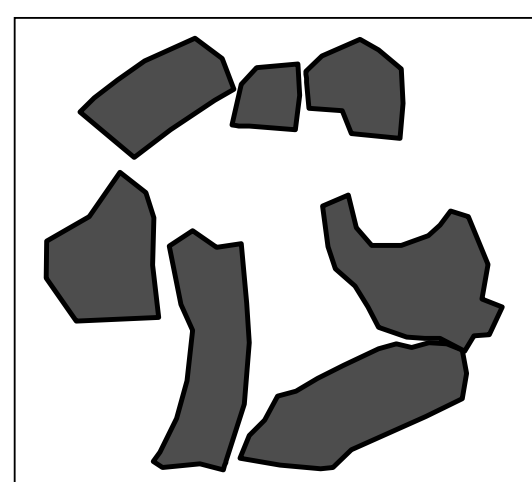
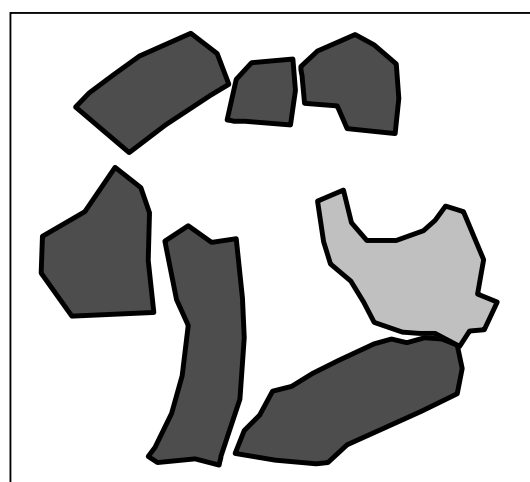
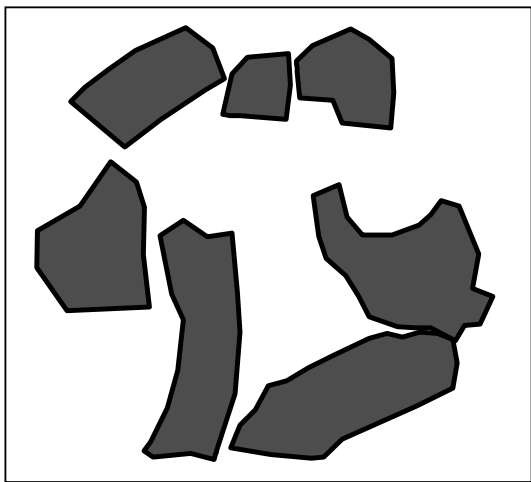
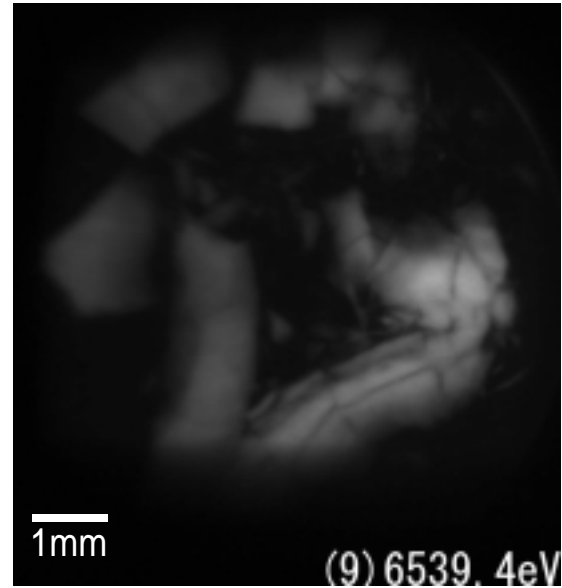
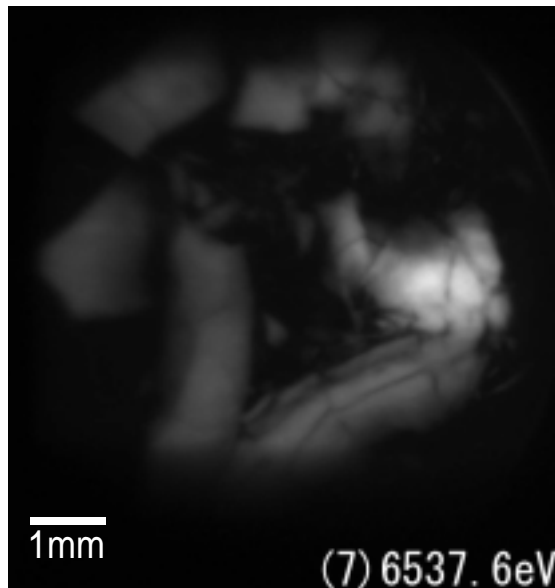
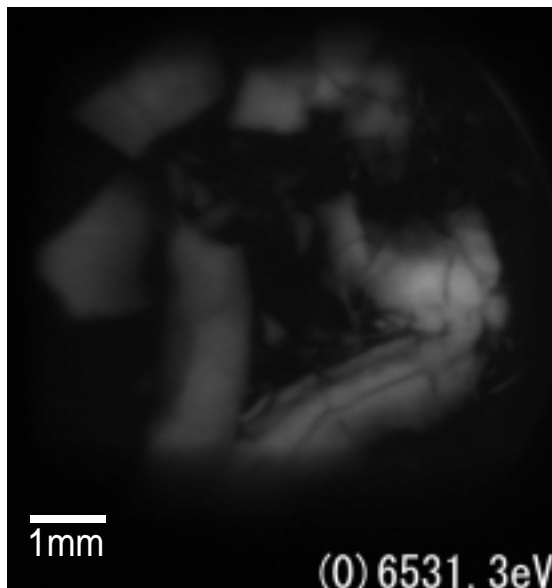
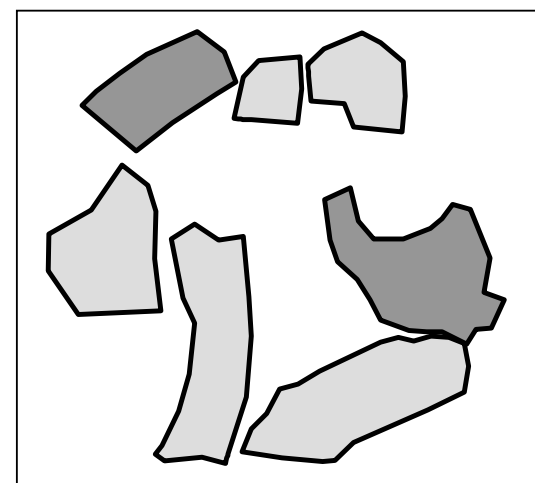
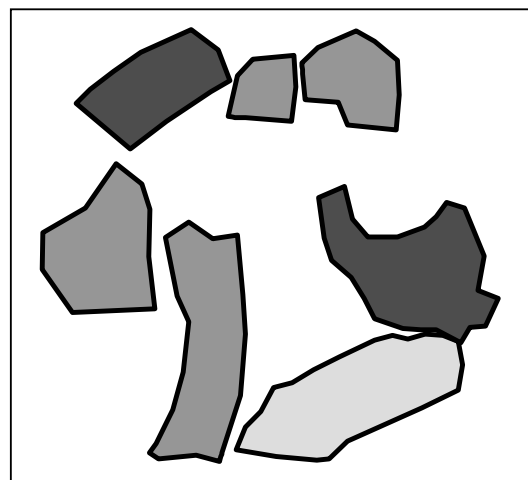
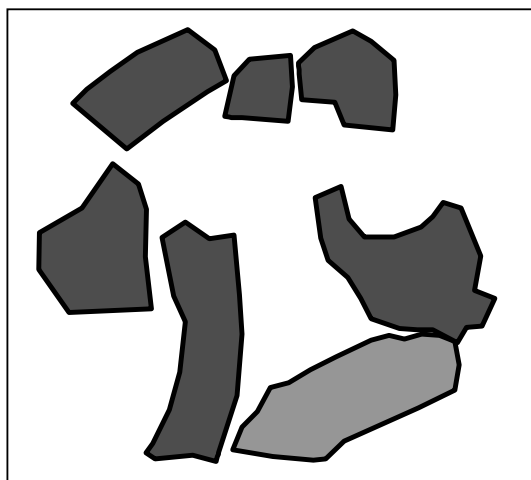
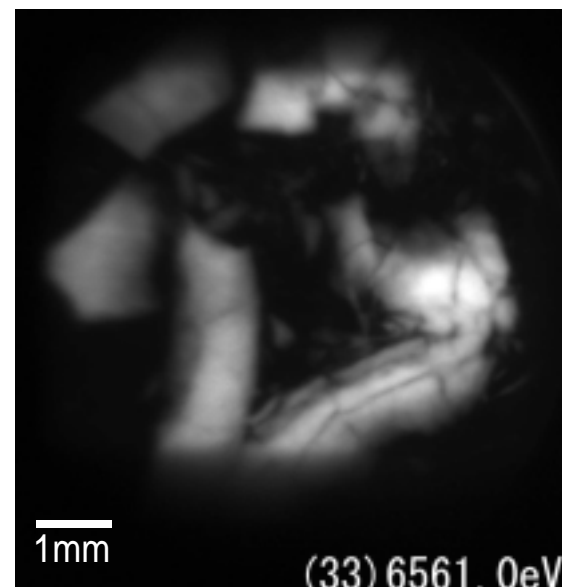
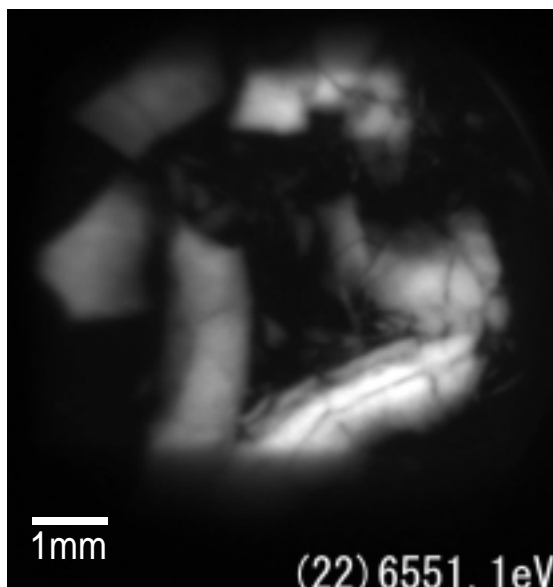
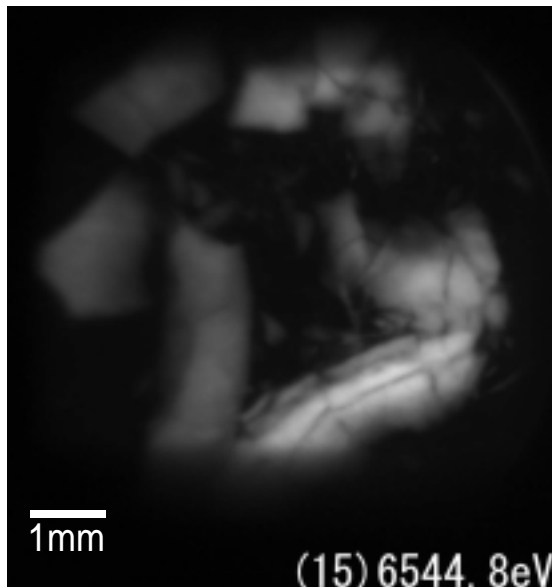


図5 各エネルギーでの $I_0/I$ 像



粒子により、明るくなるタイミングが異なる。

## 2-3. Mn酸化物の観察(結果2)

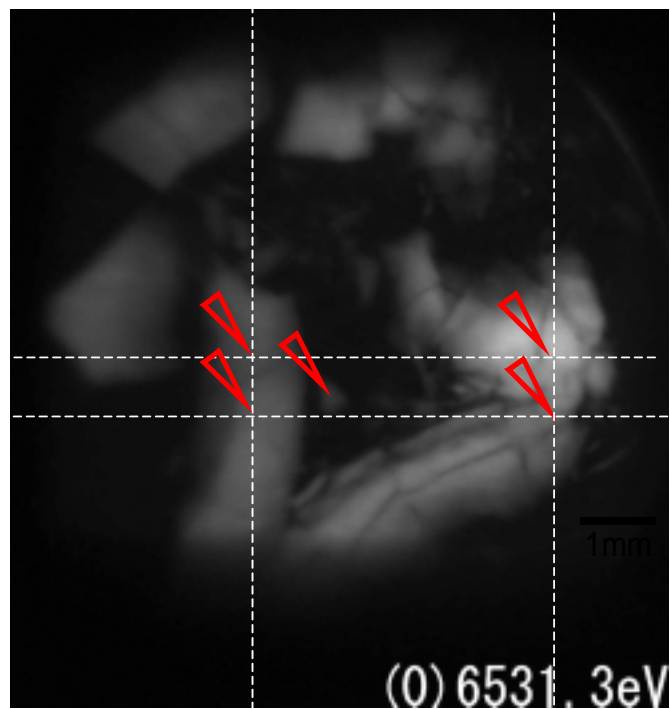


図6 ~ ピクセルで強度を抽出



## 2-4. Mn酸化物の観察(結果3)

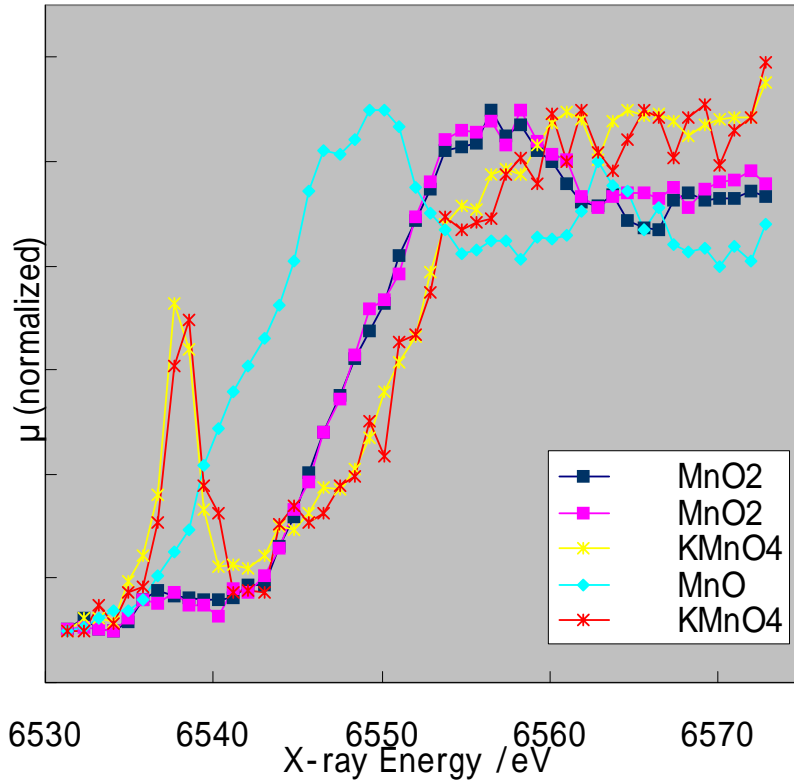


図7 10/1像から抽出したXAFSスペクトル

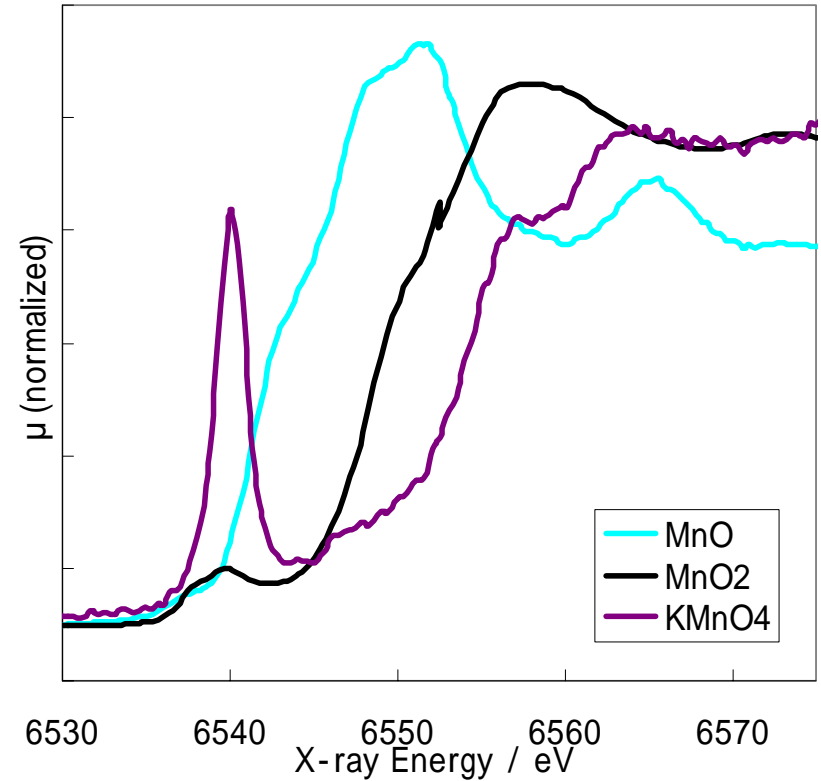
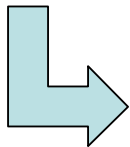


図8 以前ICで測定したMn-K-edge XAFSスペクトル

各点から抽出したXAFSスペクトルと、透過XAFSスペクトルを比較



、 MnO2  
、 KMnO4  
MnO

**Mn酸化物を識別できた。**

### 3.入射X線の評価

入射X線のエネルギー分布を観察  
(Niフォイル、Ni-K吸収端の観察)

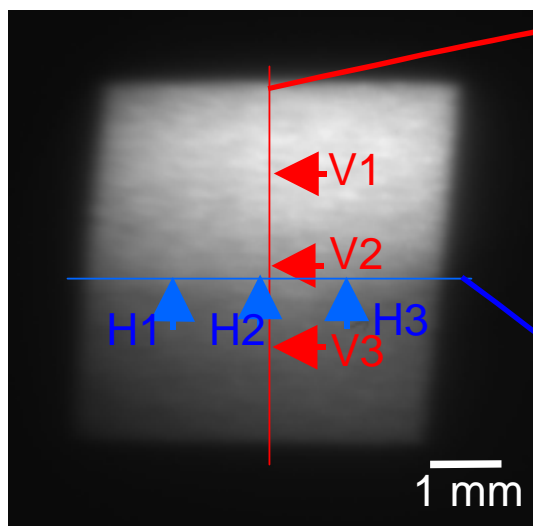


図9 Niフォイル透過像

- 横方向のエネルギーは、ほぼ均一
- 縦方向にエネルギー勾配がある。  
約 $3\text{eV}/3.6\text{mm}$   
(Ni-K吸収端エネルギー付近)

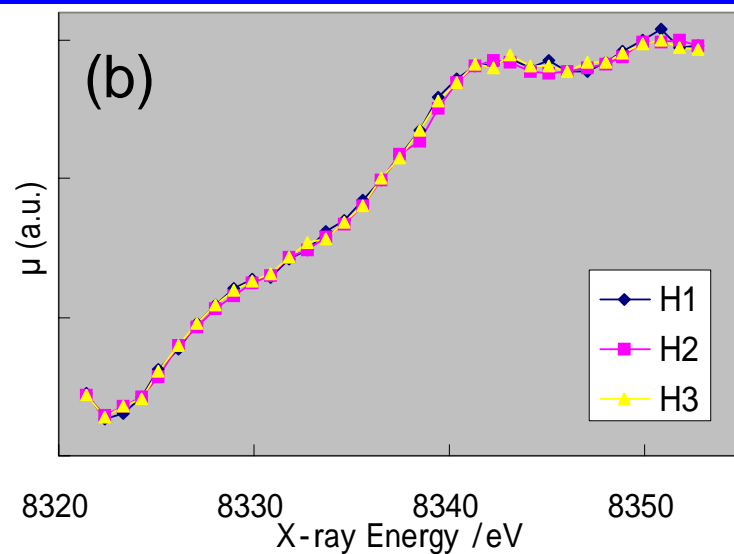
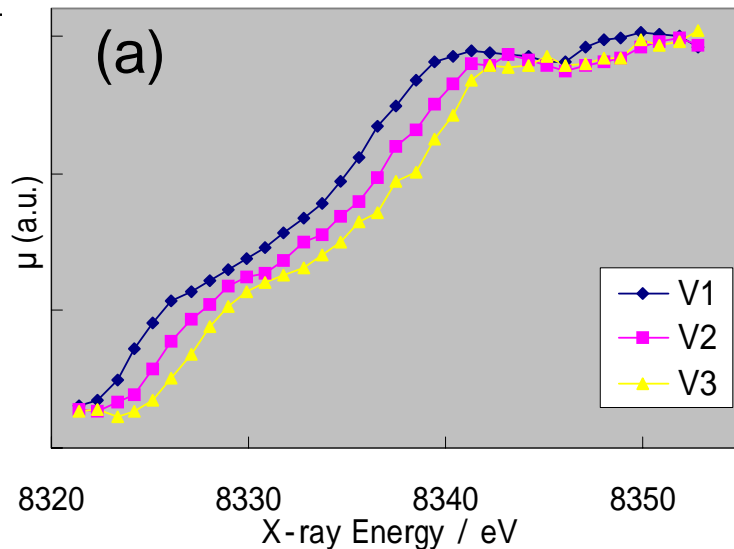


図10 Niフォイルの二次元XAFSスペクトル  
(a)縦方向 (b)横方向

# まとめ

- Mn酸化物およびNiフォイルの二次元XAFS観察を実施した。
- 二次元XAFSにより、Mn酸化物の価数差を識別できた。
- 入射X線の縦方向にエネルギー勾配があることが分かった。