

MLCF 法による 2D/3D XAFS の計測時間短縮

田淵雅夫

名古屋大学 シンクロtron光研究センター

1. はじめに

近年、二次元の XAFS あるいは、CT を応用した三次元の XAFS 測定が行われるようになってきている。2次元の測定を試料スキャンで行う場合や CT 測定を行う場合、XAFS スペクトルのエネルギー点数が多いと測定時間が非常に長くなる。CT 再構成の為に各エネルギー点で 1,000 枚程度の画像を撮像し、XAFS スペクトルの形を得るために 200~300 点の測定を行うとすると、CT 再構成のための 1000 枚の撮像が 5 分で終わったとしても、合計の撮像時間はおよそ 20 時間にもなる。一方で、我々は、XAFS 測定の目的を XANES 領域で良く行われる「状態の混合比(価数変化等)を知ること」に限るなら、linear combination fitting (LCF)法類似の modified LCF(MLCF)と名付けた方法によって、高々数点の測定を行えば解析可能なことを示してきた。MLCF 法を 2次元、3次元の XAFS 測定に応用すれば、計測時間を大幅に減らせる。ここでは、モデル的な試料に対してこれを実行した結果を報告する。

2. 実験

試料として、CuO, Cu₂O 混合粉末を BN で希釈したペレットを準備した。この時、混合を不十分にし CuO, Cu₂O 粉体の塊が残るようにした。この試料に対してあいち SR BL8S2 で X線 CT 測定を行った。エネルギーを Cu K 吸収端近傍 8960~9120 eV の範囲で変えて 12 のエネルギー点で各 1200 枚の CT 測定を行った。一エネルギー点、1200 枚の撮像に要した時間は約 5 分であった。

3. 解析

測定点(エネルギー)数を減らして XANES 領域で通常の LCF の解析を行うにはスペクトルの規格化に必要なプリ/ポストエッジラインを見積もれないという問題が発生する。MLCF 法ではこれを規格化に必要な情報も未知パラメータとすることで解決する。

4. 結果

図 1-a, 1-b に角度 0 度でエネルギーが違う透過像 12 枚を使い MLCF 法で得た Cu₂O(1 価)、CuO(2 価)の量のマップを示す。全体として 1 価の Cu が少し下に偏り、2 価はやや上側に多いものの全体に存在するのがわかる。個々の粒状のコントラスト見比べるとほとんどは片方の図のみ現れている。例として 3 点 A, B, C に矢印を入れた。A は 2 価の、C は 1 価のマップにだけ見られる。B は芯が 1 価で、2 価の殻があるのがわかる。講演ではこのような、1 価、2 価それぞれのマップ 1200 枚から得た各価数の粒子の 3 次元的な配列を示す。

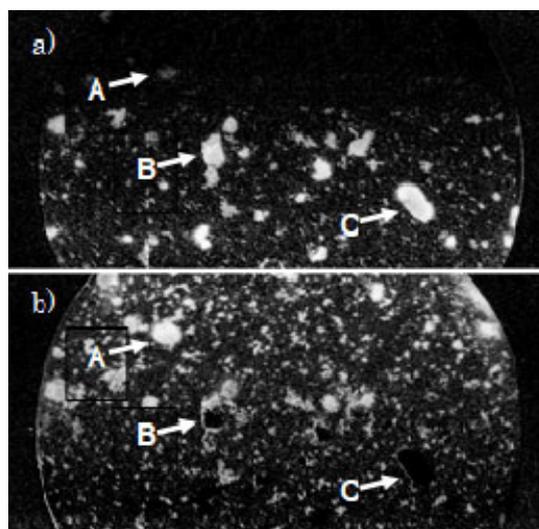


図 1 a) Cu₂O, b) CuO のマップ。ほとんどの粒子は相補的に片方のみ観察され、価数判別ができていくことが分かる。