

# 広域X線吸収微細構造測定装置の使用技術の習得

材料・化学系（材料物性工学科）曾根 宏靖

## 1. 研修日時・場所

日 時 1998年7月27日～29日

場 所 理学電機株式会社 X線研究所

## 2. 研修目的

アモルファス（非晶質）構造解明のためには「広域X線吸収微細構造測定装置」による解析が有用であるといわれている。国内ではこの装置に関して研究開発が進んでいる理学電機株式会社 X線研究所において、動作原理・その取り扱い技術を修得し、今後の材料物性工学の研究において大きく寄与することを目的とする。

## 3. 研修内容

本研修において、実際の広域X線吸収微細構造測定装置について学ぶ機会を得たが、今回は測定原理を中心に概要を述べることにする。

### 3. 1 吸収係数微細構造（EXAFS）測定原理

X線の吸収とは、物質中の電子によってX線光子が吸収され、そのエネルギーを受けた電子がいきおいよく飛び出してくる現象をいう。いわゆる光電吸収である。この吸収係数の光子エネルギー依存性を詳しく調べた特性を図1に示す。

この図はニッケルに8 keVから9 keV程度のエネルギーのX線をあてた場合の、吸収端付近の吸収係数の様子を示している。ここで注目すべき点は、吸収端より右側である種の周期的な変動が起こっているということである。単原子でできている気体はこの変動が消えてしまうことが実験で確認されている。つまりこの変動は、ある原子のまわりに、他の原子が存在するときのみ現れる。

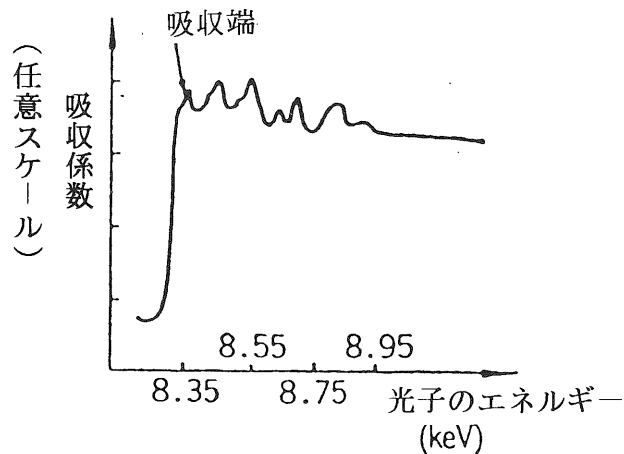


図 1 吸収係数の波長依存性。吸収端より右側で振動がみられる

この変動は、吸収係数微細構造 (EXAFS) とも呼ばれており、最近とくに注目を集めるようになった。この微細構造には、一つの原子のまわりに他の原子がどのように配列されているかという情報を見いだすことができる。つまり、物質が結晶構造をしていない場合、すなわち液体とか非晶質 (アモルファス) の場合でも、EXAFS によって構造を決定できる可能性がある。アモルファスが注目されている理由は、結晶よりアモルファスの方が容易に作製でき、したがって安価にすることが可能となるためである。アモルファスの構造を見きわめ、理論的・実験的な物性を知ることは応用の面からも重要である。これにはEXAFSが有用な手がかりを与える。

ところで、一つの原子のまわりに他の原子が配列されると、どうして微細構造が現れるのか。それは、飛び出してくる電子 (光電子) の挙動に関係している。電子も波動であるが波動である光電子が放出されると、すぐそばにまた原子があるので、これによっではね返され、ここに一種の定常波ができる。定常波の波長は、限定されたものであるため、光電子が、飛び出すのに十分のエネルギーを受けても、波長が定常波の波長と合わないと、「定常波の制約」で、飛びだせない。これが、所々で吸収係数がさがる理由である。これを図2に示した。微細構造の周期と、その山の高低から、A原子のそばのB、C原子がどれだけ離れて、どちらの方向に存在するかなどがわかる。

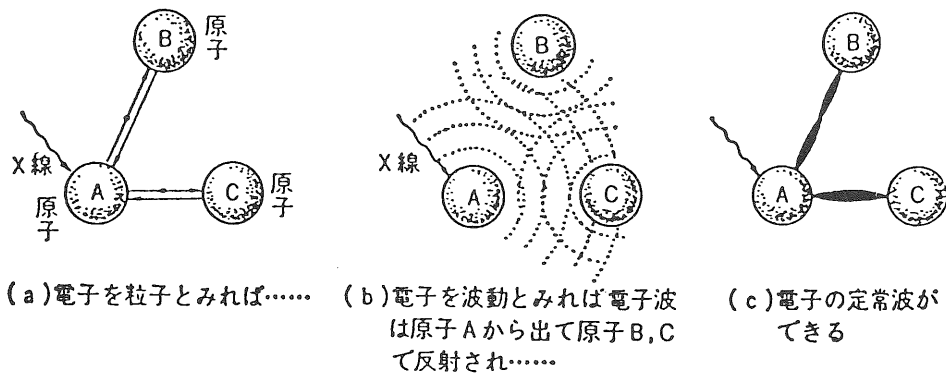


図 2 光電子のつくる定常波

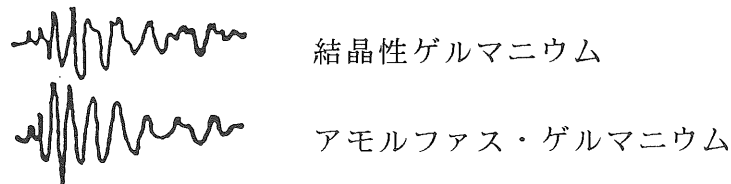


図 3 結晶性ゲルマニウムとアモルファスゲルマニウムのEXAFS

図3にはゲルマニウムの吸収係数の、微細構造の部分だけを抜き出したものを示す。この図の曲線をフーリエ変換等の処理をおこなうことにより、結晶とアモルファスの違いがはっきりわかり、それらの構造が決定され、結晶性のゲルマニウムとアモルファス・

ゲルマニウムの微妙な違いが確認できる。

図4に今回、理学電機で用いた装置の概念図を 図5にその装置で実際に測定したRu/TiO<sub>2</sub>のEXAFS等のスペクトルを載せる。

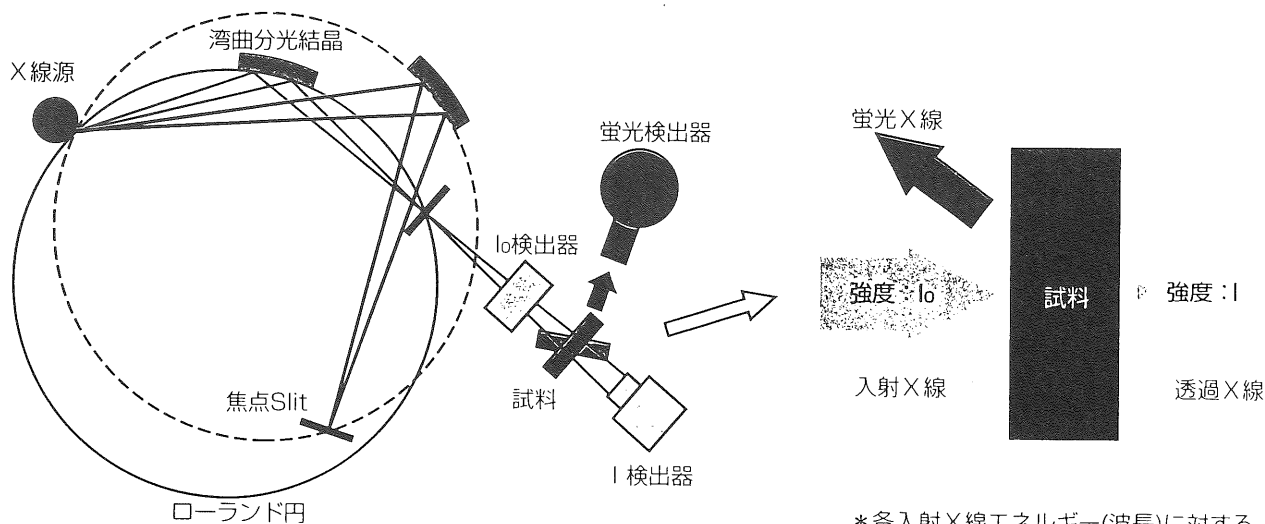


図 4 EXAFS装置概念図

\*各入射X線エネルギー(波長)に対する  
吸光度:  $\ln(I_0/I)$ を測定。  
[蛍光法では、蛍光X線強度を測定]

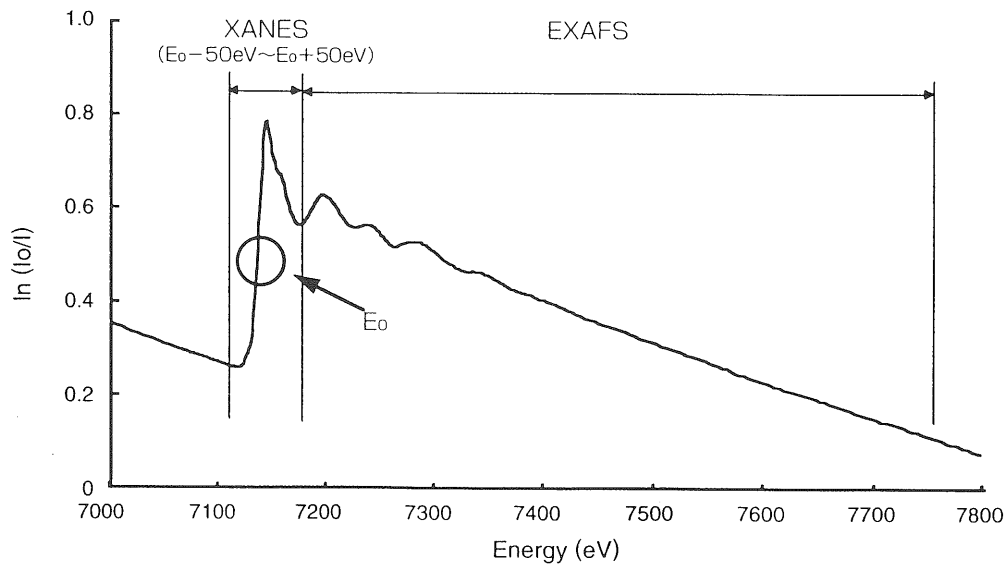


図 5 Ru/TiO<sub>2</sub>のEXAFS等のスペクトル

XAFS情報…吸収端E<sub>0</sub>: 原子価  
XANES: 原子価、配位状態  
EXAFS: 配位状態、結合距離

#### 4. 所 感

今回の研修において、実際の広域X線吸収微細構造測定装置について多くの知識を得ることができた。最後にこの研修の機会を与えてくれた所属研究室の諸先生方、技術部、ならびに本部の各担当の方々に厚くお礼申し上げる。また、理学電機株式会社 X線研究所の方々と、特別なる準備、御指導を頂いた本学卒業生の屋代氏に感謝申し上げます。

本研修で修得したことを今後の材料物性工学の研究において役立て、この分野の研究に大きく寄与したいと考えている。