

化学状態分析 (酸化状態や化学結合の評価) 高分解能特性X線分光 (HRCXS)

KMTLは材料の民間試験場として世界に先駆けて高分解能特性X線分光(HRCXS)を導入しました。

あらゆる材料において、構成元素の化学状態は、材料が持つ特性と密接な関係があります。

HRCXSでは固体、粉体、液体を問わず、これらの実用的な知見を得ることが可能です。

一歩進んだ評価手法としてのHRCXSを、是非ともご利用下さい。

適用例



他の化学状態分析法との違い

高分解能特性X線分光(HRCXS)は一般に普及している表面分析技術であるX線光電子分光法(XPS)やオージェ電子分光分析法(AES)と比較して表1のような特徴があります。HRCXSは、XPSやAESでは対応困難な**絶縁物や水溶液・含水物**も測定対象とすることができます。また、**配位数分析**を詳細に行うことが可能です。同様の(より高性能な)分析法としてX線吸収微細構造(XAFS)がありますが、放射光施設を利用するXAFSに比べ、**簡便かつ機動的**に状態分析を行える点も強みです。

表1 化学状態分析法の比較

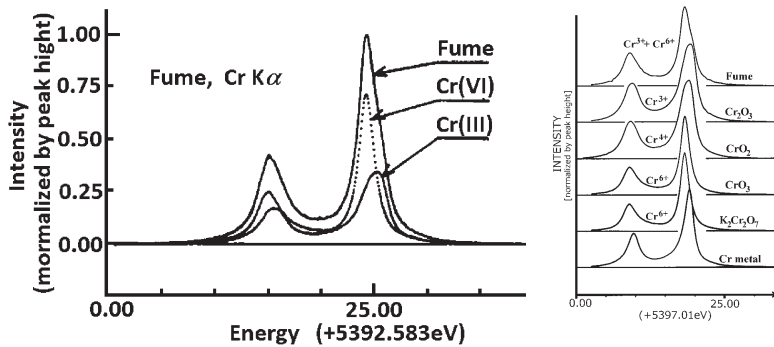
	HRCXS	XAFS ※1	XPS	AES
分析深度	バルク (数 μm ~数10 μm)	最表面~バルク ※2 (数nm~数 μm)	最表面 (~10nm)	極表面 (サブnm)
空間分解能	△	△	○ (100 μm)	◎ (10nm~)
化学状態変化への鋭敏度	○	◎	○	△ (一部の元素は○)
得意とする元素 ※3	第三・第四周期元素 (主にMg~Fe)	第二~第四周期元素 (主にLi~Zn)	第二~第四周期元素 (主にC~Zn)	主に第三周期元素
絶縁物	◎	○ (Li~Oは条件による)	○ (帯電中和が可能な物のみ)	困難な物が多い
水溶液・含水物	◎	○	×	×
配位数分析	○	◎	△	×
真空度	大気圧~低真空	大気圧~超高真空	超高真空	超高真空

※1：当社が出資している合同会社シンクロトロンアナリシスLLCが運用するビームラインでの分析装置性能です。

※2：計測方法により分析深度が異なります。

※3：条件さえ選べば、基本的に水素とヘリウムを除く全ての元素が分析可能です。

Cr含有量4wt%の溶接火花中の6価クロムの分析

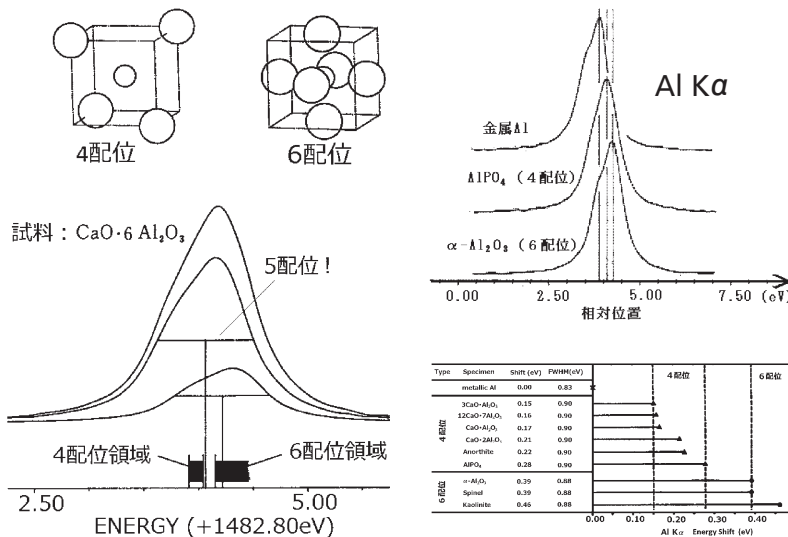


$Cr^{3+} : Cr^{6+} = 44 \pm 2 : 56 \pm 2 (at\%)$

湿式化学分析値 $Cr^{3+} : Cr^{6+} = 40 \pm 8 : 60 \pm 12 (at\%)$

- 一般的な元素分析装置 (SEM-EDX、蛍光X線、EPMA) で検出されるCr元素のピーク (Kα線) は1本だが、HRCXSのエネルギー分解能は二桁以上高く、2本のピークとして検出することが出来る。
- Crの酸化数によってピークの位置と形状が変化し、それらを利用することで存在比を求めることができる。
- HRCXSを用いれば、固体試料のまま含有するCrの酸化数の確認、存在比を評価することが可能であり、その精度は湿式分析と良い対応が取れる。

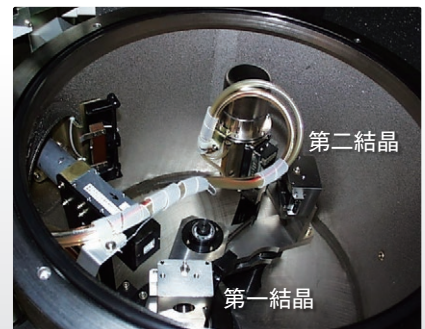
セメント鉱物中のAl酸化物の配位数の解析



- Alの化合物であるAlPO₄とα-Al₂O₃(アルミナ)において、Alの酸化数は共に3価であり、検出されるピークの位置は変化同じと思われるが、配位数の違いによっても検出されるピークの位置は変化する。
- HRCXSを用いれば比較的容易にその状況を確認することができる。

※配位数とは、化合物の分子及び結晶中の中心原子から見た最隣接原子(直接結合している酸素の数)の数を意味する。

使用装置
(高分解能特性X線分光分析装置)



(株)リガク
System 3580E3