

# 化学状態分析用蛍光X線分析装置の標準スペクトルのデ-タベ-ス化

## 研究の目的

例えば電池材料に含まれる酸化・還元物質の酸化状態(価数)の変化を知るには、それらの**単体**、**酸化物**、**炭酸塩**などの**標準スペクトル**と未知試料のスペクトルを比較・対照して未知試料の酸化状態を推定しているが、これら標準スペクトルの収集を都度行っているため効率が悪い。このため、幾つかの元素に対して、基本的な(安定)化合物(元素単体、酸化物、炭酸塩など)のスペクトルをあらかじめ**標準スペクトルのデ-タベ-ス**として準備しておくことは大変有効である。本研究では主に典型元素と3族の遷移金属元素に対し、その単体や酸化物の標準スペクトルを収集・整理し、HRXRF測定結果のデ-タベ-ス化を検討した。

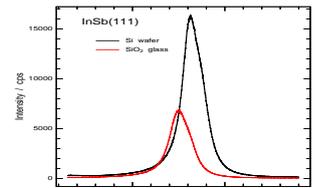
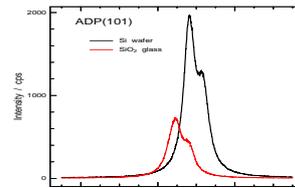
## 化学状態分析用蛍光X線分析装置(HRXRF)について

スペクトルの変化から**価数の変化**や**化学状態の違い**を検出するために開発された装置

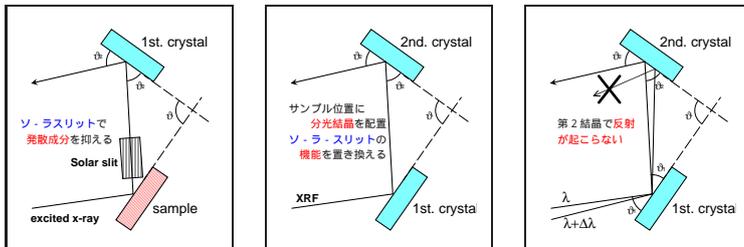
(試料に含まれる元素を広範囲(通常、B~U)に検出する汎用型の蛍光X線分析装置と異なり)

HRXRFは手作業による分光結晶の交換が必要

走査可能な波長範囲も限定されるが、 $5/10000^\circ$ の**高精度ステップスキャン**を高い**再現性**で実施可能



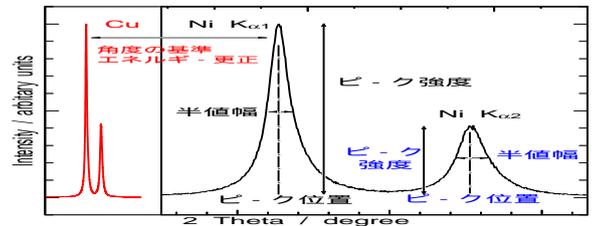
化学状態(価数)の違いによるスペクトルの変化、および、分光結晶の違いによる分解能の差異の実測例(分析試料: Si, SiO<sub>2</sub>)



汎用型の波長分散型蛍光X線分析装置の**ソ-ラ-スリット**の代わりに**分光結晶**を配置し、第1結晶で回折されたX線のうち、第2結晶の**ブラッグ**の反射条件を満足できないものを除去することで、**低バックグラウンド**かつ**高分解能**な蛍光X線スペクトルを収集可能

## 実験、および、実装方法

スペクトル全体の重心とその単体元素からのシフト量  
 $K\alpha_1$ の重心とその単体元素からのシフト量  
 半値幅、規格化因子  
 $K\alpha_2$ の重心とその単体元素からのシフト量  
 半値幅、規格化因子

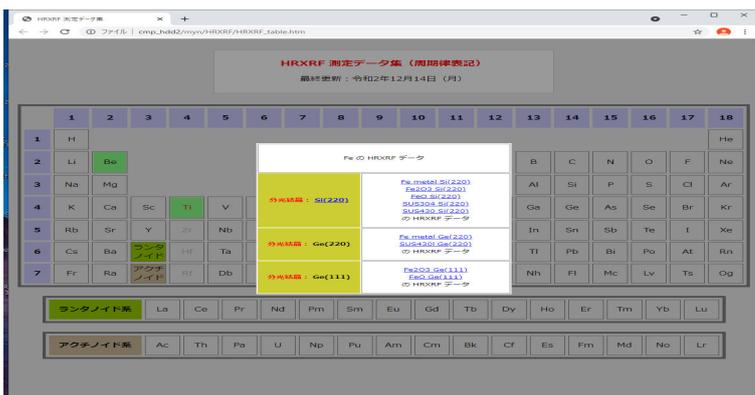


- 分光角度の校正: 測定前後に**金属銅**を測定し、**Cu  $K\alpha_1$** の**ピ-ク位置**を**基準**に絶対角度を導出
- 波形フィッティング処理により、スペクトルの**特徴量**(ピ-ク位置、相対強度、半値幅等)を導出
- これらスペクトルの特徴量データを**周期律表表記**のhtmlコードで記述/表現
- css記述子のみのhtmlコードで記述/表現することによりプラットフォームに依存しない**ブラウザ参照型のデータベース**を構築

## 結果と考察

紙面をベースとするデータベースと異なり、ページの概念が無く拡張性に優れた**htmlベース**の表記を採用することにより、単にスペクトルの情報を羅列して記述するにとどまらず、**データの追加**や**スペクトルの表示/比較**が容易となった。

将来的には、測定データの**描画・フィッティング機能**の追加や、他所のデータとの相互リンクといった拡張を図りたい。



css記述子のみのhtmlコードで構築したデータ表記の一例(Feをハイライト)