

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。

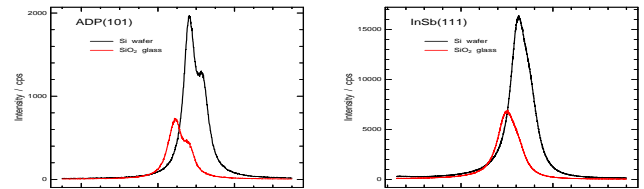
化学状態分析用蛍光X線分析装置（HRXRF）について

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

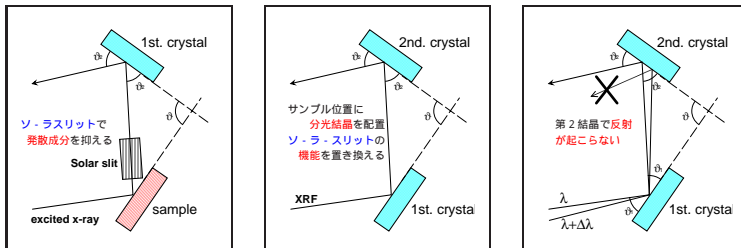
（試料に含まれる元素を広範囲（通常、B~U）に検出する汎用型の蛍光X線分析装置と異なり）

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 °の**高精度ステップスキャン**を高い**再現性**で実施可能



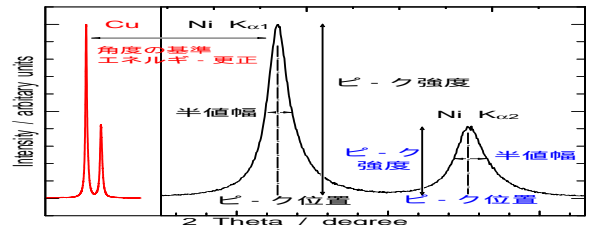
化学状態（価数）の違いによるスペクトルの変化、および、分光結晶の違いによる分解能の差異の実測例（分析試料：Si, SiO₂）



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

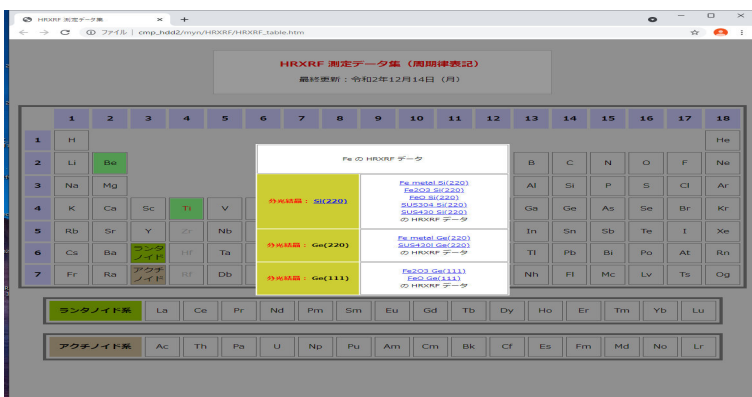


- 分光角度の校正：測定前後に**金属銅**を測定し、**Cu $K\alpha_1$** の**ピーク位置**を**基準**に絶対角度を導出
- 波形フィッティング処理により、スペクトルの**特徴量**（ピーク位置、相対強度、半値幅等）を導出
- これらスペクトルの特徴量データを**周期律表表記**の html コ - ドで記述 / 表現
- css 記述子のみの html コ - ドで記述 / 表現することによりプラットフォームに依存しない**ブラウザ参照型のデータベース**を構築

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 - ドで構築したデ - タ - 表記の一例（Fe をハイライト）