

## 放射光を利用した化学状態解析技術 XAFSの応用事例：鉄酸化物の還元反応解析

### 1. 概要

- ・ XAFS※1は、X線吸収スペクトルを測定・解析する事で、物質の化学結合状態（価数）や局所結晶構造（配位状態）を元素選択的に評価できる分析手法です。
- ・ 試料の状態（固体、液体、気体、非晶質）や環境（温度、ガス）を問わず測定できるため、**化学反応のその場観察（in situ測定）**を行うことができます※2。

※1 XAFS：X-ray Absorption Fine Structure  
※2 一部の軽元素を除く

### 2. 評価事例

- ・ 鉄酸化物のin situ XAFS測定を行い、還元反応中の化学状態解析を行った事例です。
- ・ 還元の進行に伴い、スペクトルの形状(=化学状態)が徐々に変化の様子が観察できています。
- ・ スペクトルのフィッティングにより試料中の各価数成分を分離・抽出し、その量比から還元率を求めました。

#### [測定条件]

- ・ 試料： $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- ・ 還元ガス：H<sub>2</sub>(100%)  
CO(100%)
- ・ 還元温度：900℃
- ・ 測定元素：Fe K吸収端
- ・ 測定法：透過法(QXAFS)

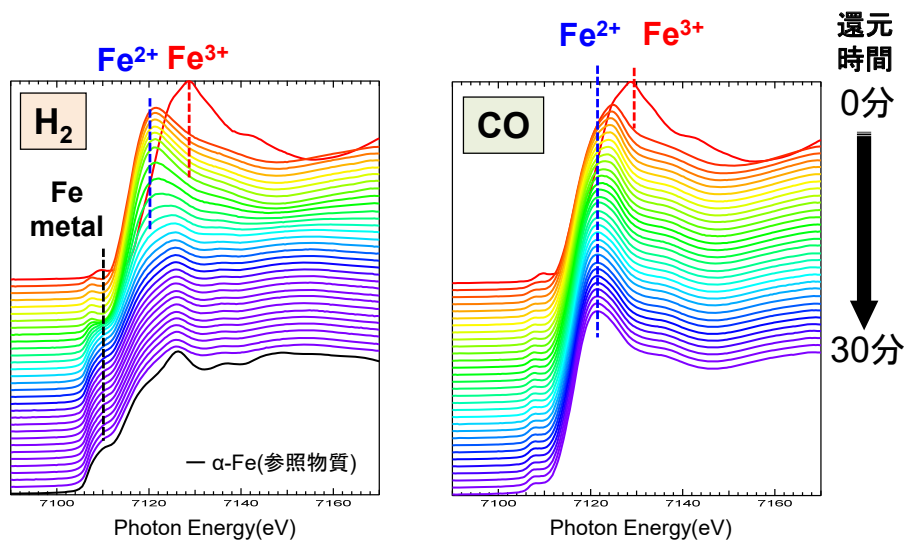
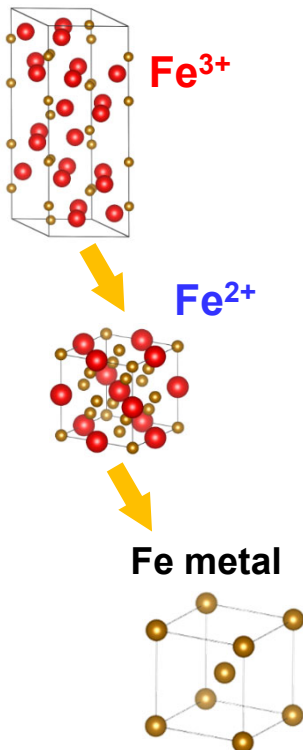


図1 還元開始から30分間のFe K端XAFSスペクトルの変化

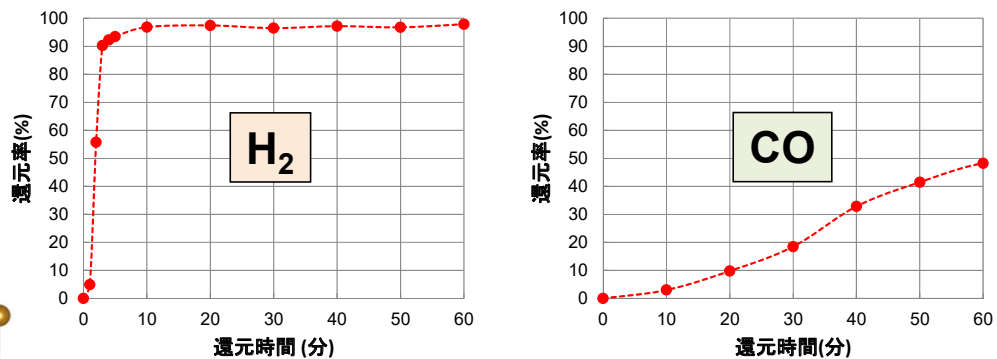


図2 XAFSスペクトルの解析により得た還元率の時間変化