



量子ビーム実験：放射光を利用した XAFS 測定による物性評価

八木伸也^{1,2}, 河合均², 小川智史²

1 名古屋大学未来材料・システム研究所, 2 名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：量子ビーム実験, He-path, Sulfur K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

本研究課題は、名古屋大学大学院工学研究科エネルギー理工学専攻の修士1年前期に実施する「量子ビーム実験：2単位」の中でシンクロトロン放射光を用いた物性評価および固定光源（硬 X 線）を用いた X 線回折装置を用いた評価の各実験の原理と実験そしてその解釈を学ぶものである。

とりわけ本課題においては、わが国の放射光科学の一端に触れさせ、固体試料や液体試料中に存在する軟 X 線領域で吸収端をもつ元素の化学状態分析の実際と理解を促すものである。測定は、液体状の試料や絶縁体試料を中心として硫黄の K 吸収端 XAFS を測定し、電気的な性質にかかわらず、分析が可能であることを理解させることを目的とする。

2. 実験内容

加硫反応に代表される加硫タイヤを取り上げ、その代替試料として、スクアレンの加硫反応を対象試料とした。スクアレン及び硫黄粉末(S₈)は、片山化学製を使用した。加熱機構付きマグネチックスターラにより、スクアレン及び硫黄粉末を混合した試料を 2 ml サイズのバイアル瓶にとり、ロータリーポンプによる脱気作業を経た後に 90-160 度の温度で 3 時間の加熱を行ったものを測定試料とした。硫黄の K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path、ポリプロピレンの溶液セル、SDD 検出器を用いて部分蛍光収量法で行った。ビームラインの分光結晶は、InSb(111)を利用した。

3. 結果および考察

NEXAFS 測定を実施する前に、座学にて実験の原理や得られるスペクトルの解釈について学んだ後に、測定当日はビームラインの構成を見学した。時間を見つけて光源ホール内に設置されているビームラインや実験ステーションの説明を行った。

試料は常温・常圧で液体であるため、測定セルの試料ホルダへの固定や液体試料の注入、そして He-path システムへの取り付けについては経験者（放射線作業従事者登録済み）である学生が対応した。

結果としては、過去に測定したスクアレンの加硫反応の結果と一致しており、試料作製手順による再現性はしっかり担保されていることが確立できた。ただし、BL6N1 の分光器を交換する以前とのデータについては、edge-jump に対するピーク強度に数%の差が存在することも明らかとなったが、昨年分光器交換後のデータとは一致している結果であった。

非常に簡単な試料の取り付け（固定）や測定を開始する前の準備、そしてスペクトル取得に要する時間（10 分以内）などについて、実験に取り掛かる前の敷居の高さはとても高く無いという感想も得られた。今後は、各参加者が研究対象としている試料に対しての XAFS 測定を行えるような準備を行いたいとも考えている。