



硫黄含有材料の XAFS 分析 3

八木伸也

名古屋大学未来材料・システム研究所

キーワード：L-Cysteine, He-path, 硫黄 K 吸収端 NEXAFS、照射損傷

1. 背景と研究目的

今年度の研究課題目的として「金属から成るナノ粒子と硫黄を含む分子の吸着反応を明らかにすること」をかかっていたが、当初予定していた研究結果予想から大きく外れ、先回の研究実施内容からは、「硫黄を含む分子」として「L-Cysteine」を選定し、その分子が水溶液中に溶解している系に対する「アミノ酸分子の放射線損傷の有無」について明らかとすることを目的とした。また、先回の結果として「L-Cysteine」が受ける放射線損傷反応の詳細についても調べることを目的とした。

2. 実験内容

溶液試料は、水 4 ml に、秤量した 20 mg の L-Cysteine を溶解した試料を用意した。硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path およびポリプロピレンの溶液セル、そして 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。溶液セルフィルム中に含まれる元素として、極めて微量な硫黄原子の存在はビームライン担当者よりうかがっていたため、実際の溶液試料の NEXAFS 測定をする前に、蒸留水で満たした溶液セル自身の硫黄バックグラウンドを測定した。

3. 結果および考察

まず、溶液セル中に含まれる硫黄原子の化学状態分析について実施したが、その総量は NEXAFS スペクトルの「edge-jump 量」で判断できる。非常に少ない量であったが、「硫黄のバックグラウンドが全く無い」とは言えないレベルの硫黄量が確認された。さらに、その化学状態としては、主として「SO₄」の状態であることも得られた。

次に、L-Cysteine 水溶液に対する NEXAFS 測定についてだが、先のバックグラウンドと比較して十分な硫黄量が確認できるほどの濃度であった。そのため、取得された NEXAFS スペクトルの解釈においては、溶液セルのバックグラウンドが「解析の邪魔をする」ことは無いと判断した。

L-Cysteine 水溶液に対する測定時間は、1 スペクトルを取得するのに「約 9 分間」を要する。測定する光子エネルギー範囲は、「2460-2490 eV」で、各エネルギー一点での溜め込み時間は、2 秒程度に設定した。得られたスペクトルは、測定回数を増やすにつれて以下の 2 点の特徴的变化が得られた。

- 1 : $\sigma^*(S-C)$ 遷移に起因するピーク位置が低エネルギー側にシフトする
- 2 : 「1」で述べたピーク強度が徐々に減少する

総合的な判断として、最終的に 1 時間程度の X 線照射を行っているが、最初のスペクトルと最終のスペクトルでの大きな差としては、「ピークの半値幅が大きくなっている」という点が挙げられる。これらの特徴から定性的に判断して、ピークを構成している化学状態種の一部が変化し、別の化学状態種が形成されていると考えられる。さらには、新たに形成された化学状態種は、特異的に溶液セル表面に吸着している可能性も示唆された。今後は、この反応の再現性と吸着種の同定について実験を行う予定である。