

XANES 測定による琵琶湖底質間隙水の分析

S K-edge XANES study on bottom sediments in Lake Biwa

竹本 邦子^a, 馬場 大哉^b, 小川 雅裕^c, 与儀 千尋^c, 太田 俊明^c
Kuniko Takemoto^a, Daiya Bamba^b, Masahiro Ogawa, Chihiro Yogi^c, Toshiaki Ohta^c

^a関西医科大学, ^b東レテクノ株式会社 環境科学技術部, ^c立命館大学 SR センター
^aKansai Medical University, ^bToray Techno Co., Ltd., ^cThe SR Center, Ritsumeikan University

琵琶湖の底質中に含まれる硫黄の由来を調べるため、S-K 吸収端の XANES 測定を行った。硫酸イオンは鉱物には含まれず、全て水由来であることが分かった。

S K-XANES was applied to investigate the origin of the sulfur contained in the sediment of Lake Biwa. Sulfate ion was not included in the mineral. It was found that the sulfate ion contained in the water.

Keywords: Lake Biwa, muddy sediment, S K-XANES

背景と研究目的: 我々は、2011年より琵琶湖の底質中の硫黄のXANES測定を行っている。前回までの測定で、底質のスペクトルから、硫酸イオン(SO₄²⁻)を示すエネルギー位置(約2481 eV)と単体硫黄(S₈リング)を示すエネルギー位置にピーク構造を確認している。これらの硫黄元素の由来を詳細に調べるため、底質を泥質と水に分離し、XANES測定を行った。

実験: 2012年9月5日に琵琶湖の沿岸帯で底泥を採取し、乾燥を防ぎながら冷暗所(4℃)で保管していた底質を2000rpmで8分間遠心分離し、分離水と分離泥質を調整した。分離水と分離泥質は、調整後、測定まで、乾燥を防ぎながら冷暗所(4℃)で保管した。

測定は立命館大学SRセンターBL-10軟X線XAFSビームラインを用いて行った。分離泥と分離水をテフロン製のセルに含水状態を保ったまま入れ、9μm厚のポリエチレン膜で密封し測定試料とした。

測定はHeガス置換の大気圧条件下で行い、検出モードはシリコンドリフト検出器を用いた蛍光X線収量法にて行った。また、比較のための標準試料は高真空中で測定を行い、検出モードは試料電流を用いた全電子収量にて行った。分光結晶にはGe(111)を用い、S K吸収端のエネルギーはK₂SO₄のホワイトラインを2481.7 eVとして校正した[1]。

結果、および、考察: Fig. 1 に採取した底質、分離泥質、分離水のS K吸収端XANESスペクトルを示す。

底質、分離泥質、分離水のスペクトルは、硫酸イオン(SO₄²⁻)を示すエネルギー位置付近(約2481 eV)に鋭いピーク構造を持っていた。さらに、底質と分離泥質のスペクトルは単体硫黄(S₈リング)を示すエネルギー位置(2472 eV)にピーク構造も持っていた。2472 eVにピークを持つ粒径の大きな底質について洗浄乾燥し測定したところ、2481 eV および 2472 eVからのシグナルがほとんど検出されなかった。以上より、SO₄²⁻は鉱物由来ではなく全て水由来であることが示された。

S₈のピーク位置から高エネルギー側に1eV以内には、アミノ酸、脂質などの有機体硫黄化合物の中のC-bonded Sのピークが存在する[2]。今回検出した2472 eV付近のピークを詳細に調べ、S₈以外の硫黄化合物の存在の可能性についても検討をしていきたい。

文献

- [1] Nakanishi K., Ohta T., Verification of the FEFF simulations to K-edge XANES spectra of the third row elements, *J. Phys.: Condens. Matter* **21** (2009) 104214.
- [2] Prietzel J., Thieme J., Salome M., Knicker H., Sulfur K-edge XANES spectroscopy reveals differences in sulfur speciation of bulk soils, humic acid, fulvic acid, and particle size separates: *Soil Biology & Biochemistry*, **39** (2007) 877-890.

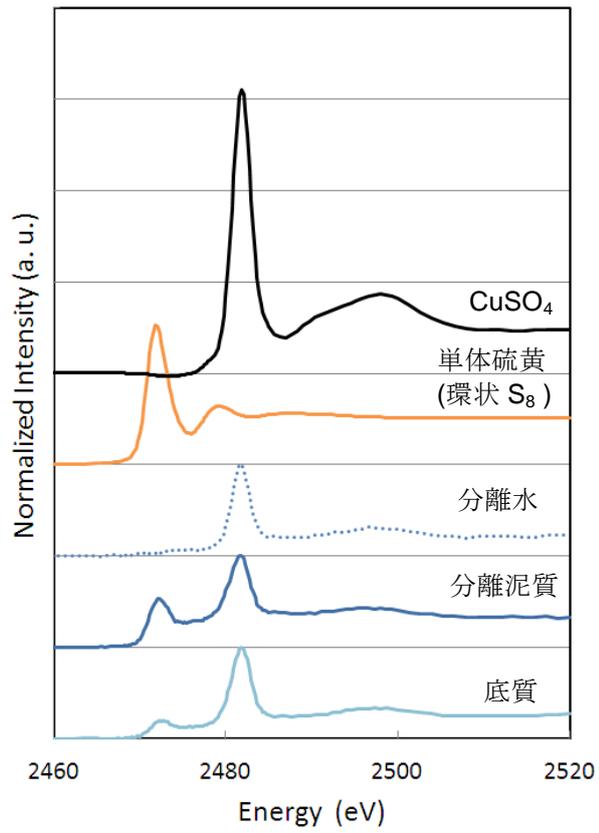


Fig. 1. 採取した底質と標準試料 S K 吸収端 XANES スペクトル。