

先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業
立命館大学SRセンター「放射光軟X線を用いた機能性材料の評価」
利用成果報告書

無償トライアル利用

平成 26 年 3 月 25 日

所属 日本電気硝子株式会社 評価技術部
職名 主任研究員
氏名 齋藤 和也
所在地 〒520-8639 滋賀県大津市晴嵐二丁目7番1号
Tel/Fax 077-537-1994 / 077-537-1709
E-mail address: kzsaito@neg.co.jp

課題番号	R1360
利用課題名	ガラス中のスズ価数分析
ビームライン	BL-10
利用期間	H26年2月26日
背景と利用目的	<p>ガラス中に含まれる少量のスズはSn^{2+}とSn^{4+}が関係した清澄作用を有することで知られている。また、スズとリンを主成分としたガラスにもスズ価数の情報が重要である。我々は、スズ価数を化学分析(容量法)によって確認しているが、サンプルを化学的に分解する前処理を伴うことから、前処理中の価数変化が懸念される。そこで今回、スズを少量含む硼珪酸ガラスとスズリン酸系ガラスにおいて、前処理が不要な XANES 測定によるスズ価数分析を行い、化学分析で得られたスズ価数の妥当性確認を試みた。</p>
実験・解析方法	<p>分析にあたり、次の手法を試みた。</p> <p>i) SnO と SnO_2 試薬を既知量混合した標準試料を作製し、Sn^{2+} と Sn^{4+} の含有比率に対する $\text{Sn-L}^{\text{III}}\text{edge}$ ピーク強度から検量線を作成、検量線法を用いたスズ価数分析を試みる。</p> <p>ii) SnO と SnO_2 試薬の XANES スペクトルを合成し、ガラスサンプルの XANES スペクトルにフィッティングさせる線形フィッティング法を用いて、スズ価数分析を試みる。</p>

測定サンプル ①硼珪酸ガラス、②スズリン酸系ガラス
 ③標準試料：SnO 試薬(100wt%)、④標準試料：SnO₂ 試薬(100wt%)
 ⑤標準試料：SnO 試薬(50wt%) + SnO₂ 試薬(50wt%)
 測定スペクトル Sn-L^{III}edge XANES

成果の概要

- i) ①硼珪酸ガラス、②スズリン酸系ガラス、及び試薬を用いた③～⑤標準試料の XANES スペクトルを Fig. 1 に示す。③標準試料：SnO (100wt%)と④標準試料：SnO₂ (100wt%)のスペクトルより、3953eV に Sn²⁺、3959eV に Sn⁴⁺のピークが確認された。また、⑤標準試料（混合比 5 : 5）の XANES スペクトルは、③と④の標準試料を合成したスペクトルと類似したものの、ガラス試料の XANES スペクトルとは異なり、定量は困難だった。
- ii) SnO と SnO₂ 試薬の XANES スペクトルを $x\text{SnO} + (1-x)\text{SnO}_2$ $x=1, 0.75, 0.5, 0.25, 0$ の割合で合成(足し合わせ)し、ガラスサンプルの XANES スペクトルに最も近くフィッティングできる比率 x を検索した。硼珪酸ガラス及びスズリン酸系ガラス中の XANES スペクトルと各 x 値における合成スペクトル及び差スペクトルを Fig. 2 に示す。
- Fig. 2 より、どの x 値においても、サンプルと試薬の XANES スペクトルがフィッティングする傾向は見られなかった。

社会、経済への波及効果の見通し

今回実施した Sn-L^{III}edge XANES 測定によるスズ価数分析によって、ガラス中と試薬で XANES スペクトル形状が異なることが課題となった。今後は、ガラスと試薬、それぞれ Sn-L^{III}edge XANES スペクトルの特徴について調査することで課題の解決を図るとともに、Sn-L^{III}edge を用いたガラス中のスズ価数分析に対する知見が得られると期待される。

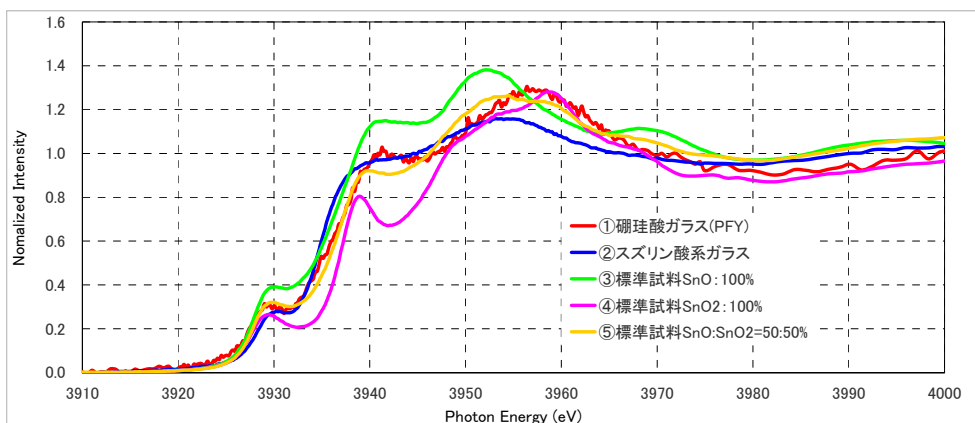


Fig.1 SnO、SnO₂試薬標準試料とガラスサンプルのXANESスペクトル

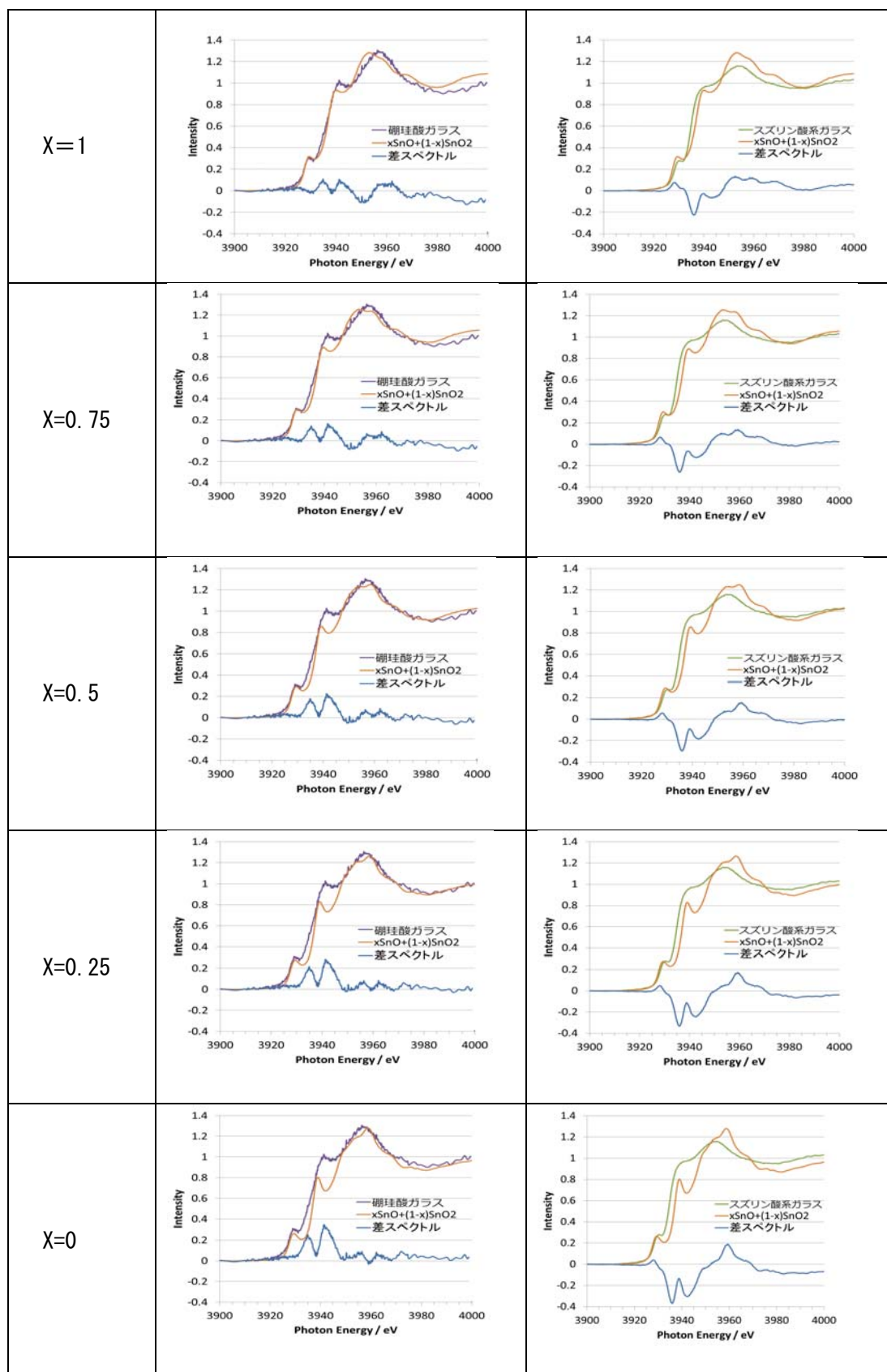


Fig. 2 硼珪酸ガラス、スズリン酸系ガラスと標準試料のXANESフィッティング