

S19003

S-K 吸収端 XAFS による琵琶湖の底質と底生生物の季節調査 1

Seasonal examination of the sediment and the benthos of Lake Biwa using S-K XAFS 1

竹本 邦子^b, 馬場 大哉^b, 光原 圭^c, 太田 俊明^d
Kuniko Takemoto^a, Daiya Bamba^b, Kei Mitsuhara^c, Toshiaki Ohta^d

^a 関西医科大学, ^b 東レテクノ株式会社, ^c 立命館大学理工学部, ^d 立命館大学 SR センター

^a Kansai Medical University, ^b Techno Co., Ltd., ^c Department of Physical Sciences, Ritsumeikan University,
^d The SR Center, Ritsumeikan University

e-mail: takemoto@hirakata.kmu.ac.jp

琵琶湖の底質中に含まれる硫黄化合物の化学状態を調べるため、S-K 吸収端 XAFS を行った。BL10 の液セルを改良した試料セルを用いて底質の XAFS 測定を試みたが、XAFS スペクトルに解釈できないピークが含まれていた。標準試料の測定はできているので、原因を突き止め次回の測定に臨みたい

To investigate the chemical state of sulfur (S) compounds in the sediment of Lake Biwa, S K-edge XAFS measurements were performed. Interpretable XANES spectra were not obtained from the measurement using an improved wet cell. We determine the cause of that, and we intend to obtain the high-quality XAFS spectra of the sediment.

Keywords: sediment, S K-XAFS, Lake Biwa, wet cell

背景と研究目的

湖沼の底質の酸化還元状態を把握する指標として、硫黄化合物の化学形態を利用する方法がある。特に、硫化水素などの揮発性硫黄化合物は、底質の悪化による還元状態を把握する指標となるだけでなく、有毒物質で底生生物への影響も大きい。我々は、S-K 吸収端 XAFS で底質環境を評価することを目的とし、琵琶湖底質の S-K 吸収端 XAFS を行っている。XAFS は、従来の堆積物中の硫黄化合物の定量・定性分析法に比べ、試料調製の手間が少なく試料調製から測定までが短時間で済む。また、試料の相も選ばず、必要な試料量も従来法に比べ少量で良い。

今回のビームタイムでは、改良した試料セルを用い、標準試料の測定と底質環境の異なる琵琶湖南湖と北湖の春季の底質について S-K 吸収端 XAFS を行い、場所と季節による影響の検討を目指した。

実験

底質は、2019年5月に琵琶湖の南湖二地点、北湖四地点で潜水士によりアクリルの柱状コアで採取されたものを用いた。採取後、XAFS測定まで、冷暗所で好気条件下で保管した。試料セルは、BL-10で開発された軟X線XAFS用in situセル液[1]の後ろ側の試料投入口を改良し、底質を入れやすくしたものを用いた。

測定は、BL-13収束軟X線XAFSビームラインで行った。溶液セルに必要な量の底質を充填した。これを真空試料槽へ導入し、S-K吸収端XAFS測定を行った。測定モードは、SDD検出器を用いた部分蛍光X線収量とした。分光結晶は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。標準試料として15種類の硫黄化合物のXAFSも全電子収量と部分蛍光X線収量で行った。

結果、および、考察：

Fig. 1 に、標準試料と南湖と北湖のある地点で採取した含水状態の底質の XAFS スペクトルおよび硫黄化合物の酸化数に対応するピークエネルギーを示す。2472-2483 eV 付近に有機態 S に由来するピーク、2482 eV 付近に硫酸イオンに由来するピーク以外に、2490 - 2495 eV に正体不明の強く鋭いピークが出現した。この正体不明のピークは全ての測定で出現し、2482 eV 付近のピーク形状にも影響を与えていた。正体不明のピークはその形状から試料由来のものではないと推察される。標準試料であるいくつかの硫黄化合物では良好なスペクトルが得られている。また、前回のビームタイムでは、改良前の試料セルを用い説明可能な XAFS スペクトルが得られている。試料セルの検出器側の部品は前回と同じものを用いていることから、それ以外のところに原因があると考えられる。今回、測定ができなかった原因を検討し、次回は説明可能なスペクトルを取得を目指したい。

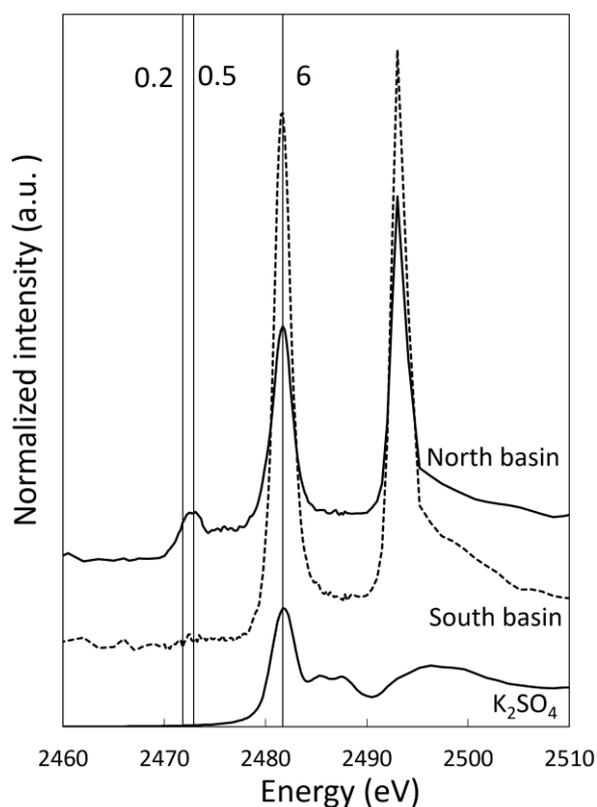


Fig.1. S K-edge XAFS Spectra of sediments of Lake Biwa. Solid line: sediment from the north basin, broken line: sediment from the south basin.

参考文献

[1] K. Nakanishi, D. Kato, H. Arai, H. Tanida, T. Mori, Y. Orikasa, Y. Uchimoto, T. Ohta, and Z. Ogumi, Rev. Sci. Instrum., 85 (2014) 084103.

研究成果公開方法／産業への応用・展開について

底質の新しい分析法の提案