

## S K-edge における XAFS 測定法の高精度化の検討 Improvement of XAFS Measurement for S K-edge

金子 房恵<sup>a</sup>, 為則 雄祐<sup>b</sup>, 松本 典大<sup>a</sup>, 岸本 浩通<sup>a</sup>  
Fusae Kaneko<sup>a</sup>, Yusuke Tamenori<sup>b</sup>, Norihiro Matsumoto<sup>a</sup>, Kishimoto Hiroyuki<sup>a</sup>

<sup>a</sup>住友ゴム工業(株), <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Sumitomo Rubber Industry co., <sup>b</sup>JASRI

我々は、これまで SPring-8 BL27SU にて S K-edge XAFS 測定 of 検討を行ってきた。しかし、このエネルギー領域において、入射 X 線強度と試料からの蛍光 X 線強度の同時計測方法が確立できておらず、X 線統計誤差や変動によりデータ精度に課題があった。本研究では、差動排気システムを活用し真空中において使用可能なイオンチャンバーを製作することで、入射 X 線強度と試料からの蛍光 X 線強度の同時計測を行えるようにしデータ精度の向上を目指し実施した。イオンチャンバーにより計測した入射 X 線強度と金属板を用いて計測した全蛍光 X 線測定による入射 X 線強度を比較した結果、完全には一致しなかった。原因として、S K-edge 付近のエネルギー領域では、自己吸収の影響が大きいために蛍光 X 線で測定に影響していることが考えられた。

キーワード： S K-edge、XAFS

### 背景と研究目的：

ゴム材料は、イオウを用いてポリマー同士を橋掛けした架橋構造を形成することで、強度、機械疲労など特異な物理特性を発現する。このようにイオウ架橋は重要な役割を担っているが、その詳細な構造や化学状態と機能の関係については未だ解明されていない。

そこで我々は、硫黄架橋構造を詳細に分析することが可能だと考えられる S K-edge XAFS 法に着目した。S K-edge における XAFS 測定は、これまで様々な分野で実施されている[1][2][3]。しかし、S K-edge XAFS 法を用いて更に詳細な解析を行うためには、エネルギー分解能と X 線強度を向上させる必要があった。そこで、我々は SPring-8 BL27SU のアンジュレータ光源を利用し、結晶分光器を用いた S K-edge XAFS 検討を行っている。これまで、フォトダイオード検出器を用いた透過法および SDD(Silicon Drift Detector)検出器を用いた蛍光法の検討を行ってきたが、透過法では、試料中の硫黄量が少ないため  $\Delta\mu$ (エッジジャンプ)が小さく、精度の良い測定が難しいことが分かった。そのため、SDD 検出器を用いた蛍光法を中心に技術開発を進めている。XAFS 測定を行うには、入射光強度( $I_0$ )と試料からの蛍光 X 線強度( $I_s$ )を同時に測定する必要がある。しかし、ミラードレイン電流、金属薄膜を用いた電子収量測定により  $I_0$  測定を試みてきたが上手く計測できず、 $I_0$  と  $I_s$  を別々に測定してきた。しかし、 $I_0$  と  $I_s$  を別々に測定しているため、X 線の統計誤差や強度変動の影響を取りきることが出来ず、精度良く測定できない問題が依然として残っていた。

そこで本研究では、S K-edge における XAFS 測定 of 高精度化のために、差動排気システムを活用し、真空中において使用可能なイオンチャンバーを製作し、 $I_0$  と  $I_s$  の同時計測の可能性について検討を行った。

### 実験：

実験は、BL27SU の C ブランチに設置されている Si(111)二結晶分光装置を用いて行った。定位置出射条件を満たすために、Si チャンネルカット結晶によるビーム高さの変化に同期させ試料位置を変えて測定を行った。測定エネルギーは 2360 eV から 3200 eV とした。 $I_0$  は今回製作した真空用のイオンチャンバーを用いて測定を行った。チャンバーのガスは窒素を用いた。

またイオンチャンバーで測定した  $I_0$  の妥当性を検証するために、清浄な 1 mm 厚の Al 板を用い全電子収量および全蛍光 X 線測定を行い比較した。蛍光 X 線測定は、SDD 検出器を用いた。

### 結果および考察：

図 1(a)に Al 板の全電子収量、(b)にイオンチャンバーで測定した  $I_0$  スペクトルを示す。低エネルギー側及び高エネルギー側において多少構造が異なるものの、同様なスペクトルを得ることができた。原理的に正しく測定できると考えられるドレイン電流と比較的一致していることから、イオンチャンバーを用いた  $I_0$  測定はできていると考えられた。

図 2(a)にイオンチャンバーで測定した  $I_0$ 、(b)に SDD 検出器で Al 板を測定した  $I_s$  を示す。図 2 のように、イオンチャンバーで測定した  $I_0$  は、 $I_s$  とスペクトル形状が異なることがわかった。その理由として、このエネルギー領域では自己吸収の影響が大きく、イオンチャンバーでの計測結果と単純に比較できないことがわかった。

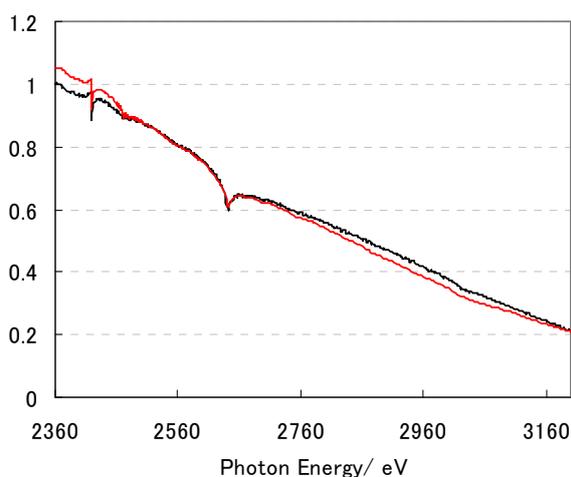


図 1. (a)Al 板のドレイン電流(黒線), (b)イオンチャンバーで測定した  $I_0$  スペクトル(赤線)

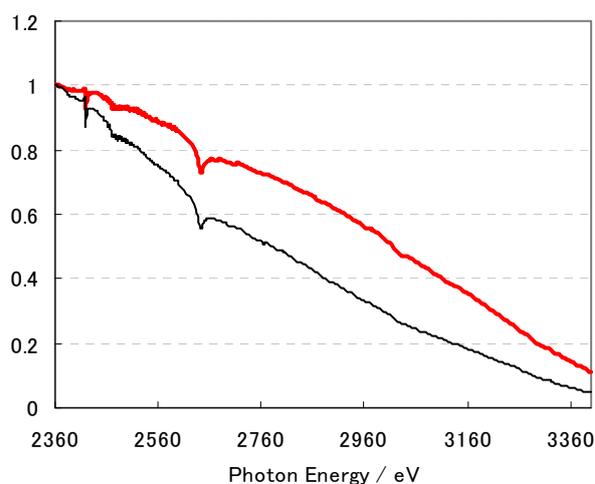


図 2. (a)イオンチャンバーで計測した  $I_0$  スペクトル(黒線), (b)SDD 検出器で Al 板を測定した  $I_s$  スペクトル(赤線)

### 今後の課題：

今回、真空用に制作したイオンチャンバーを用いることで  $I_0$  と  $I_s$  の同時計測の可能性が見えてきたものの、妥当性を確認するまでに至らなかった。そこで、今後 S K-edge における  $I_0$  と  $I_s$  の同時計測の妥当性を確認するために、金属薄膜を作製し検討したいと考えている。

### 参考文献：

- [1] S. Yagi et al., *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B* 199, 244-248 (2003).
- [2] R. Chauvistre et al., *Chemical Physics* 223, 293-302 (1997).
- [3] B. Gilbert et al., *Physical Review B* 66, 245205 (2002).