

# 固体表面上に展開した超薄層硫酸水溶液の S K-edge XANES 測定

## S K-edge XANES measurements of ultra-thin layers of sulfuric acid aqueous solution spread on solid surfaces

金垚賢<sup>1\*</sup>, 伊勢川和久<sup>1</sup>, 吉田真明<sup>1</sup>, 近藤寛<sup>1</sup>

慶應義塾大学理工学部化学科, 〒223-8522 横浜市港北区日吉 3-14-1  
DaeHyun Kim<sup>1</sup>, Kazuhisa Isegawa<sup>1</sup>, Masaaki Yoshida<sup>1</sup>, Hiroshi Kondoh<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>Department of Chemistry, Keio University, Yokohama 223-8522, Japan

### 1 はじめに

軟 X 線を用いた固液界面の解析は軟 X 線の固体透過率が低いため、極めて薄い固体層を用いて背面照射による解析法が開発されている。しかし、薄い固体層を作るのは難しく、すべての実験系において有効な方法であるとは言えない。そこで S. Axnanda らは表面張力を用いて溶液を Pt 基板に展開させて極めて薄い溶液層を作る dip&pull 法を考案し、正面照射による AP-XPS 測定に成功した[1]。一方、この方法を用いた XAFS 測定は報告されていない。そこで、本研究では表面張力を用いて硫酸水溶液の極めて薄い「溶液層」を Pt 基板に展開し、正面照射による XAFS 測定をすることで、Pt 基板に吸着した化学種を観測することを目的とした。

### 2 実験

実験のための試料セルを Figure 1 に示した。

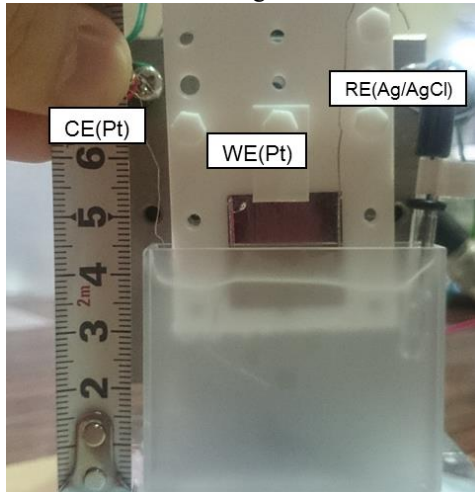


Figure 1 測定装置(CE 99.98% Pt 線, WE 99.98% Pt 板, RE Ag/AgCl)

このセルを He パスの中に入れ、Z 軸可動ステージを用いて、白金の板を上下させることで dip&pull 法が使えるようにセッティングし、各電位における S K-edge を測定した。

### 3 結果および考察

硫酸は各電位における Pt の吸着構造などが変化し、そのような変化を XAFS 法による測定で見られることを期待し、測定を行った。結果は Figure 2 のような結果が得られた。

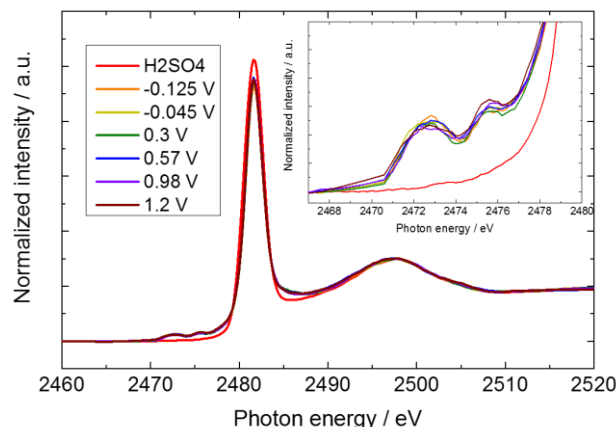


Figure 2 各電位における Pt 基板に薄層展開させた硫酸の S K-edge 測定結果

2482 eV に強く見えるピークは水溶液中の硫酸アニオンに帰属される。それに加えて、Pre-edge の領域に  $S^0$  (2472.8 eV) や  $S^{4+}$  (2475.6 eV) に由来すると考えられるピークが観測できた。これらの結果は、表面張力による薄層が形成されるとともに、Pt 表面と硫酸イオンが相互作用して分解生成した化学種があることを示している。しかし、これらのピークの明確な電位依存性は観測されなかった。その原因として、液層の電気的なパスが全体的に広がっていないことが考えられる。本実験におけるビームの大きさは 1.8×2.2 mm 程度であり、電気的なパスが繋がっていない部分が圧倒的に広いとすると、電位依存の変化がとらえにくくなる。絞ったビームを使って電気的パスのつながった領域のみを観測するか、試料全面に液層が薄く広がるようなマイクロチャンネル基板を使うなどの対策が考えられる。

### 4 まとめ

S K-edge の XAFS 測定をすることで表面張力による溶液の薄層の生成を確認した。この測定により、正面照射による固液界面の XAFS 測定による解析の可能性が示唆された。

### 参考文献

- [1] S. Axnanda *et al.*, *Scientific Reports*, **5**, 9788 (2015).  
[2] Farges *et al.*, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **190**, 012177 (2009).

\* kimdaehyun@chem.keio.ac.jp