

液体セルによる軟 X 線溶液 XAFS とその応用

高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所

放射光実験施設 基盤技術部門

熊木文俊

e-mail: kumakif@post.kek.jp

概要

X 線吸収分光 (XAFS) は、元素選択的に物質の局所構造を調べることができる優れた分析手法である。特に 2 keV 以下の低エネルギーの X 線 (軟 X 線) は、有機分子や錯体など、軽元素や遷移金属を含む分子の解析に適している。溶液試料に軟 X 線で XAFS 測定を行うことで、生体物質や化学反応過程における分子の電子状態の変化を、そのままの状態で観測することが可能となる。しかし、軟 X 線は大気や溶液に対する透過能が低いため、真空環境やヘリウム環境が必要となる点や測定に高度な工夫を要することもあり、溶液 XAFS 測定には大きな制約があった。この課題に対して、分子科学研究所の長坂将成博士らは、液体層の厚さを精密に制御できる液体セルを用いた軟 X 線 XAFS 測定装置を開発し、多様な液体試料の XAFS 測定を可能にした[1]。現在、このシステムは分子科学研究所 UVSOR および高エネルギー加速器研究機構放射光実験施設 Photon Factory にそれぞれ 1 台ずつ設置され、運用されている。

装置に使用する液体セルは、厚さ 100 nm の SiC 膜および Si₃N₄膜で液体層を挟み込む構造となっている。セルはヘリウム大気環境下のチャンバー内に設置され、チャンバーの圧力制御により、液体層の厚みを軟 X 線が透過可能な 20 nm~40 μm の範囲で調整できる。さらに、200 μm 角に整形した軟 X 線ビームを用いて、液体層内の任意の厚さ領域を精密に選択して透過させることで、幅広い濃度や溶媒に対応した試料の XAFS 測定を実現している。

これまでに、このシステムを用いて、有機溶媒中の有機分子に含まれる炭素 (C) や酸素 (O) の局所構造解析にも成功している。さらに、ホタルの発光タンパク質の pH 依存的な構造変化や、高分子材料の溶媒による構造変化の観測などにも取り組んできた。さらに、我々はこのシステムとレーザーを組み合わせたポンプ・プローブ分光[2]や、マイクロ流路による溶液混合の観測[3]など、応用範囲の拡張も進めている。

本セミナーでは、装置の仕組みと、近年進展している溶液 XAFS の応用技術の概要について紹介する予定である。

参考文献

[1] M. Nagasaka et al., *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, **224**, 93(2018).

[2] F. Kumaki et al., *J. Chem. Phys.*, **158**, 104201(2023).

[3] M. Nagasaka et al., *J. Chem. Phys.*, **151**, 114201(2019).