



硫黄含有材料の XAFS 分析

八木伸也^{1,2}, 小川智史², 城出健祐², 河合均²

1 名古屋大学未来材料・システム研究所, 2 名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：ドデカン, 5-ドデセン, 硫黄粉末, 加硫反応, He-path, Sulfur K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

平成 30 年度に実施した課題では、加硫タイヤで生じている加硫反応についての知見を得ることを目的として実験課題を推進した。今年度においても、具体的にはブタジエンやイソプロピレンの代替として炭化水素化合物分子の中でも、ドデカンや 5-ドデセンを対象にした加硫反応について調べることを研究課題として挙げることにした。

昨年度中における研究結果では硫黄 K 吸収端 NEXAFS データの再現性や試料に対する個体差についてしっかりとしたデータの取得が必要と判断し、本実験を推進した。

2. 実験内容

ドデカン、5-ドデセン及び硫黄粉末(S8)は、片山化学製を使用した。加熱機構付きマグネチックスターにより、ドデカン及び 5-ドデセンと硫黄粉末を混合した試料を 2 ml サイズのバイアル瓶にとり、ロータリーポンプによる脱気作業を経た後に 90-160 度の温度で 3 時間の加熱を行ったものを測定試料とした。Sulfur K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path、ポリプロピレンの溶液セル、SDD 検出器を用いて部分蛍光収量法で行った。ビームラインの分光結晶は、InSb(111)を利用した。

3. 結果および考察

試料に対する NEXAFS スペクトルの形は、概ね一致している結果が得られた。再現性に対しても良い一致がみられ、かつ試料に対する個体差も見当たらない状態であった。これにより、試料の調製方法は作製時期におけるスペクトルのバラツキは無いと判断した。この結果をまとめ、9 月上旬に国際会議で発表する予定である。

しかしながら、スペクトルに見られる”edge-jump”について、その強度に 5%程度の差が見られる場合があった。それは、標準試料として用いている加硫ゴム試料を 2 種類の“試料ホルダ”に固定して（貼り付けて）NEXAFS 測定を行った場合に現れた。

この結果は、大した誤差にならないという考えもあるが、定量性のある解析を行う上では無視できない量であると判断した。測定を行っている際にビームライン担当者と議論したが、納得の行く結果は得られなかったが、後日の評価により、“試料ホルダ”の試料貼り付け部分の“板”が 2 種類の試料ホルダ間で「約 5 度」の取り付け角度に差があったとのことであった。

この角度の差により、試料に対する“深さ方向の長さ(分析長)”に差が生じ、edge-jump の強度に差が生じたと結論付けた。これは極めて重要な情報であり、ビームライン担当者の問題解決能力の高さ（技術力の高さ）を意味している。今後の実験実施についても、他のユーザにおいても情報を共有すべきものである。