



## 硫黄含有材料の XAFS 分析 2

八木伸也<sup>1,2</sup>, 河合均<sup>2</sup>, 城出健祐<sup>2</sup>, 小川智史<sup>2</sup>

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

2019 年度の第 2 期に実施した課題では、硫黄 K 吸収端 NEXAFS データの再現性や試料調製手順に対する個体差の有無についてしっかりとるデータを得ることを目的としたが、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を確認した。そこで、今研究課題では、加硫温度の低温側 (90 度以下) および高温側 (160 度以上) での調製を行った試料に対して硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定を行い、その定量解析を行うことを目的とする。

### 2. 実験内容

ドデカン(Dodecane)、5-ドデセン(Dodecene)及び硫黄粉末(S<sub>8</sub>)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ラにより、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 60 度および 140-180 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。硫黄 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

Fig.1 は、ドデカン (左) と 5-ドデセン (右) に加硫反応を促した試料に対して得られた硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを edge-jump 強度で規格化したスペクトルをまとめたものである。ドデカンのスペクトルをみると、反応温度の上昇に伴った大きな変化は見られない。一方、ドデセンのスペクトルに対しては、反応温度が 170 度以上で大きく変化していることがわかる。特に青丸で示しているように、ピーク位置の高エネルギー側へのシフトとピーク強度の減少、そしてピーク幅の増加が明らかである。これは、第一ピークに、S-S と S-C の結合に起因するピーク成分が含まれていることを考慮すると以下のように理解できる。S-S ピーク成分は硫黄粉末にのみ含まれている成分で、この S-S 結合が切れて短くなりつつ、ゴム分子であるドデセン中の C-C 結合 (または C=C 結合) の部分に反応し、S-C 結合を形成したと考えられる。今後は、ゴム分子中に含まれる 2 重結合の数や位置を変えたゴムに対する加硫反応についても測定を実施することを予定している。

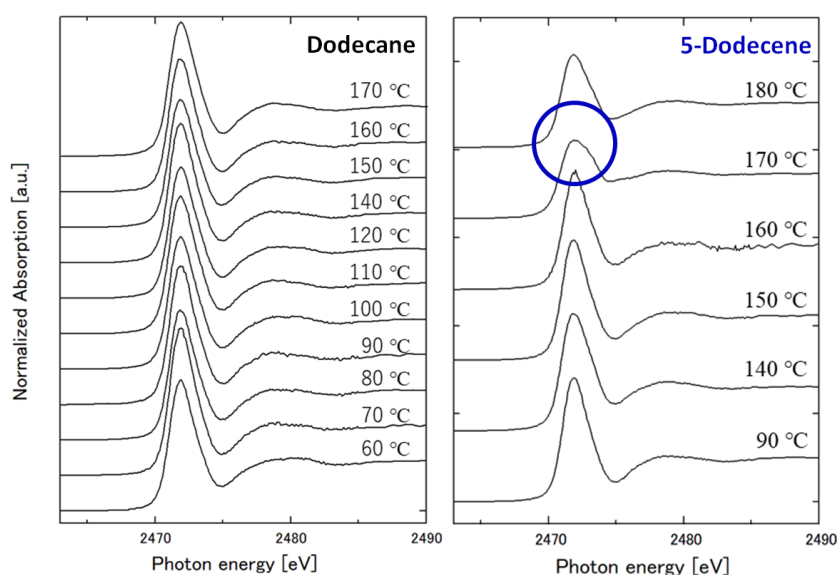


Fig.1 Dodecane 及び 5-Dodecene の加硫温度に依存した硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトル