



## 硫黄含有材料の XAFS 分析 3

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

令和元年度の第2期及び3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するデータを得ることと、定量的な解析を行うことを目的としていた。そのためには特定の化学結合に起因する NEXAFS ピークを有する NEXAFS スペクトルの取得をする必要がある。しかしながら、S-S ピークに起因するスペクトルが得られると考えていたゴム分子中に溶解分散した試料の作製が問題点に挙げられる結果となった。本研究課題では、硫黄粉末試料をゴム分子中に溶解分散させる際の溶液温度をできる限り低温、かつある程度の硫黄濃度に調整する条件を決定することを目的とする。

### 2. 実験内容

ドデカン(Dodecane)、スクアレン(Squalene)そして硫黄粉末(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、ドデカン及びスクアレ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複数回実施した後に 40 度から 60 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

ドデカン及びスクアレン中で溶解分散した試料の硫黄 K 吸収端 NEXAFS の測定を実施したが、60 度での調整試料に関しては、ドデカン試料については S-S 結合に起因するピークのみスペクトルが得られたと考えられるが、スクアレン試料については S-S 結合に起因するピークのみならず、S-C 結合に起因するピークの存在も否定できない結果となってしまった。

この結果を受け、40 度で加熱調整した試料の NEXAFS 測定を行ったが、極めて少量の硫黄成分しか検出できず、非常に S/N の良くないスペクトルの取得となってしまった。複数回の繰り返し測定で得られたスペクトルの平均を求め、S/N の向上を目指す努力を実施したが、定量解析を実施するに値する参照スペクトルとは言いがたい内容であった。本調整試料に関しては、反応時間を 3 時間以上に設定して再度調整しなおした試料を準備する予定である。

一方で、ドデカン試料で見られた S-S 結合に起因するピークについては、ピーク成分のフィッティングパラメータを精度よく設定する必要があるが、単一の S-S ピーク成分以外の存在もありそうな結果が得られた。これについては、今後第一原理計算を取り入れ、より精度高い解析につながる準備をする予定である。また、今後の展開については、酸化物ピーク (S-O 結合) の参照試料の準備と、その NEXAFS スペクトルの取得を目指すことも考えている。