



硫黄含有材料の XAFS 分析 4

八木伸也

名古屋大学未来材料・システム研究所

キーワード：金属硫化物, He-path, 硫黄 K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

硫黄を含有する材料の表面及びバルクの非破壊的化学状態分析は、産業界からも大きな注目を得ている。しかしながら、多くの硫化物の中で極めて膜厚が厚く、絶縁体的なふるまいをされると考えられる材料について、更には硫化物成分の揮発成分が“ゼロ”ではない材料を真空槽にセットし分析をすることは、多くの場合で敬遠されるケースが一般的といえる。本研究課題は、これまで実施してきた加硫ゴム材料を調製する際の主たる作製試料以外で、今後需要になると考えられる硫黄を含有する添加試薬や諸材料の標準試料と考えられる硫化物の硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを取得することを目的とする。

標準試料として分析を考えた試料は、硫化モリブデン (MoS_2) や硫化鉄 (FeS) に代表される遷移金属硫化物であり、特に第一ピークの現れるエネルギー位置や半値幅、そして edge-jump に対するピーク強度の割合について注目する。

2. 実験内容

MoS_2 や FeS 等の硫化物は、酸化インジウムスズ (ITO) 基板上にそれぞれ 100 積層させて、 MoS_2/ITO や FeS/ITO の測定試料を作製した。硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path チャンバを用いた。各試料基板をカーボンテープでホルダに固定し、SDD 検出器による部分蛍光 X 線収量法で測定した。ビームラインの分光結晶は、 $\text{InSb}(111)$ を利用した。

3. 結果および考察

Fig. 1 は、 MoS_2/ITO と FeS/ITO に対する硫黄 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である。 MoS_2 は 2471.0 eV、 FeS は 2469.3 eV にピークが見られた。それらピークのエネルギー差は 1.7 eV であり有意なため、今後、加硫ゴム中に MoS_2 や FeS がそれぞれ含まれる場合は同 NEXAFS 測定で区別可能と言える。また、各ピークの半値幅を比較すると、 MoS_2 の方が明らかに広がったことから、2 つの励起準位に由来するピークが合わさって半値幅の広い 1 つのピークを成していると予想された。そこで、Materials project^[1]のデータベースにて、層状の結晶構造の MoS_2 に対して FEFF の理論計算により得られた硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを参照したところ、予想通り 2 つの励起準位が存在することが確認された。今後は、他の標準試料や加硫ゴム試料に対して同様の測定を行っていくことを予定している。

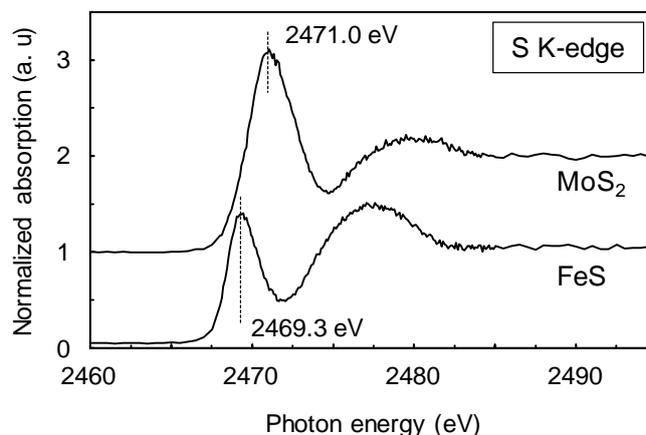


Fig. 1 MoS_2/ITO 及び FeS/ITO に対する硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトル

4. 参考文献

[1] Materials project <https://materialsproject.org/> (2020 年 2 月 19 日最終閲覧).