



## 硫黄含有材料の XAFS 分析 5

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, スクアレン, 硫黄粉末, 自己吸収, 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、3期そして4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データの取得を目的としたが、今回の測定では、バックグラウンドの差し引きに耐えうる NEXAFS スペクトルデータを得ること、さらには、できるだけ“自己吸収”を抑えたスペクトルデータを取得するために極めて希薄な溶液試料の作製とその試料のスペクトルデータを得ることを目指した。

### 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 90°C から 160°C の温度でそれぞれ 3 時間にわたる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、ポリプロピレン製の溶液セル (バブルラップ)、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

これまでの 40°C 付近で加熱し作製した試料については、硫黄粉末である S<sub>8</sub> 分子が単分散しておらずいくらかの“粒子”として存在していると考えられる NEXAFS データが得られていたため、この度の測定試料については、90°C での加熱温度、そして S<sub>8</sub> 粉末の量をこれまでの 2% に減量した試料 (poor) の調整を行った。また比較対象として、90°C で調整した試料 (rich : poor 試料の 50 倍の濃度) との比較を行った。それら 2 つの試料に対して測定した硫黄 K 吸収端 NEXAFS の結果を Fig. 1 に示す。この 2 つスペクトルは、edge-jump で規格化をしている。それらを比較すると、S-S 結合に起因するピークのピーク幅、ピーク位置に差はないものの、極めてわずかではあるが、ピーク強度に差があることがわかった。しかしながら、この程度のピーク強度差については、過去に同じ試料に対する NEXAFS スペクトルを複数回測定した場合においても、同様の差は認められたため測定時の誤差範囲内であると判断した。よって、2% 程度に希釈した試料においては、S/N の悪さは目立つものの、データとしては自己吸収が生じているとは考えられないとした。

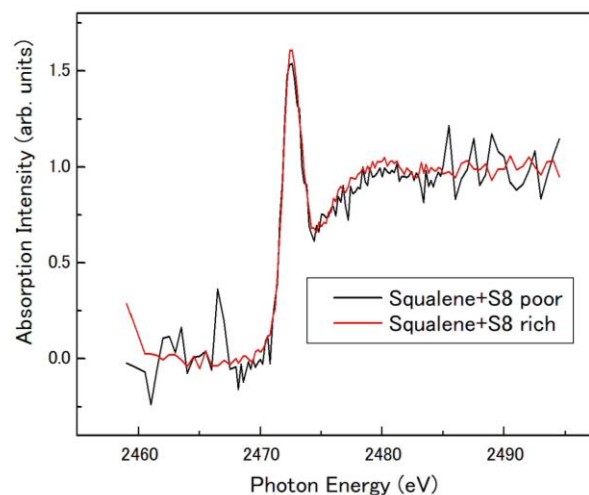


Fig.1 スクアレンと硫黄粉末の反応試料に対する硫黄 K 吸収 NEXAFS スペクトル.