



硫黄含有材料の XAFS 分析 2

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：加硫反応，He-path，硫黄 K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

本課題は令和2年度から継続している研究課題で、システイン水溶液に対するシステインの放射線損傷に関する研究である。昨年度から継続して本年度の第1期まででは、硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定を同じシステイン水溶液試料に対して繰り返し実施したのちに、システインの解離を示唆するデータが見られ、かつ得られたスペクトルの形状からは再現性が認められる結果となった。一方で、システインの解離状態を定量的に解析するためには、固体中でゴム分子に架橋している硫黄と炭素の結合 (-S-C-) に関しての硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定の結果を活用する必要があると考えた。ただし、硫黄粉末の状態によっては、単分散していない状態となり、結果として自己吸収効果により NEXAFS スペクトルは大きく歪んでしまうことが考えられるため、過去の経験から天然ゴム中に混練により分散させた加硫ゴム試料の硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを得ることを第2期の目的とした。

2. 実験内容

測定対象試料は、天然ゴム 100 に対して硫黄粉末を 5 の質量割合で秤量したものを混練し、100°C、120°C、140°C と比較的低温で反応させた加硫ゴム試料を準備した。この低温領域で試料作製を行った理由として次のことを考えた。一般的には架橋反応を調べるには十分な反応温度とは言えないが、未加硫な状態の硫黄分子(S₈)と架橋反応に利用された硫黄分子の2つの状態を議論できると考えたためである。硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path チャンバ中で行い、SDD 検出器を用いて部分蛍光収量法でスペクトルの取得をした。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

今期で得られた NEXAFS スペクトルからは、100°C で反応させた試料は十分に加硫反応が進行していない状態であると判断できた。それは、スペクトルの形状が、S₈ をスクアレンなどの炭化水素化合物中に単分散させた試料に対して得られた NEXAFS スペクトルの形状と酷似している点から判断した。別の視点からは、硫黄と炭素の結合 (-S-C-) に起因するピーク成分がほとんど見られない点からも明らかである。一方で、140°C ではしっかりと加硫反応が進行していると判断するには十分ではないと考えられる。これを満足させるには、150°C もしくは 160°C のより高い温度領域で加熱した試料のスペクトルを取得し、解析をする必要があると考え今後の課題とした。