



## 硫黄含有材料の XAFS 分析 3

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,  $S_8$ , エタノール

### 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た。しかしながら、分析で準備していた試料中には、シスチンと見られる沈殿物も発見されており、この起源なりを解釈するためには、S-S 結合に起因するスペクトルを得る必要が出てきた。

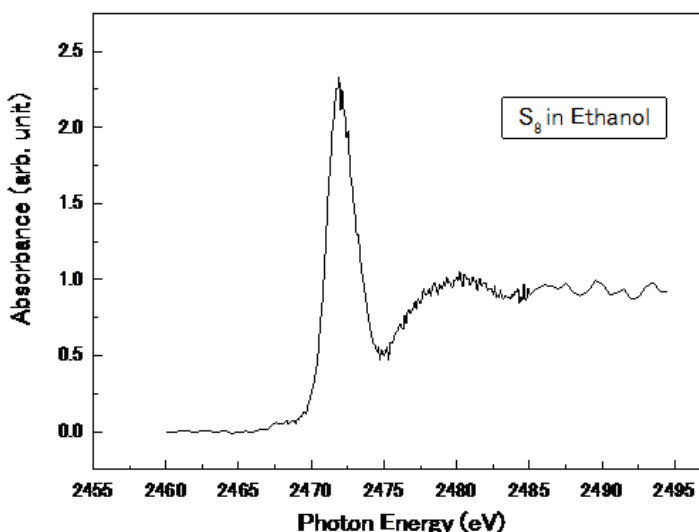
第2期においては、これまでに得られている硫黄粉末 ( $S_8$ ) の状態が単分散しておらず、自己吸収効果により NEXAFS スペクトルは大きく歪んでしまう結果となっていたため、S-S 結合に起因するスペクトルを確実に得るためには、適当な溶媒中で硫黄分子が分散した試料の作製に重点を置くこととした。よって本課題では、水にも、ゴム中にも展開が可能なエタノールに注目し、この溶媒中で  $S_8$  が単分散している状況の NEXAFS スペクトルを得ることを目的とした。

### 2. 実験内容

測定対象試料は、エタノール (特級) 20 ml に硫黄粉末 ( $S_8$ ) 0.5 g を加え、それら混合試料を封入したバイアル瓶を超音波洗浄機の水の中に入れ、超音波を 10 分間動作させた。以上の操作を加えたのちも硫黄粉末はバイアル瓶の底部に沈殿していたため、NEXAFS 測定を行うべき試料部分は、上澄みのエタノールを測定した。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。溶液セルは、バブルラップ (プチプチ) を利用したが、ラップ中に硫黄をほとんど含まないものを使用した。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

硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを Fig.1 に示す。このスペクトルには、2472 eV 付近に edge-jump に対して約 2.3 倍のピーク強度を持つピークが現れている。このことは、ゴム中に単分散させた  $S_8$  のスペクトルと同じ特徴を持っていることから、エタノール溶媒中でも  $S_8$  は、単分散していると結論付けた。今回の結果より、純粋な S-S 結合に起因したピーク成分がえられたと言え、今後の実験結果の解釈に利用が可能となった。

Fig.1 Sulfur K-edge NEXAFS spectrum of  $S_8$  in ethanol.