



## 硫黄含有材料の XAFS 分析 4

八木伸也<sup>1</sup>, 八方直久<sup>2</sup>

1 名古屋大学 未来材料・システム研究所, 2 広島市立大学 情報科学研究科

キーワード：加硫反応, He-path, 硫黄 K 吸収端 NEXAFS, S<sub>8</sub>, エタノール, ドデカノール

### 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。本年度の第1期から第3期までで、水溶液環境におけるシステイン分子の放射線損傷を解釈するための標準スペクトルの取得を中心に得ることを目指した。先の第3期では、エタノール中に単分散した硫黄粉末から単離した硫黄分子 (S<sub>8</sub>) の硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルが得られたことを報告している。今回の第4期では、ゴム分子を見立てた炭化水素化合物と S<sub>8</sub> の加硫反応について調べ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<sub>8</sub>) 0.5 g を加え、それら混合物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、S<sub>8</sub> のエタノール中への溶解を促進させた。しかしながら、依然として S<sub>8</sub> の沈殿物は存在しているため、その上澄みのエタノール 100 μL をドデカノール (2 mL) 中に混合し、60°C で1時間程度加熱した溶液を測定試料とした。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バブルラップを使用した。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 スペクトルには、目立った S-C 結合に起因したピークは観測されなかった。むしろ、S-O 結合に起因したピークが SO<sub>3</sub> および SO<sub>4</sub> の化学状態を示すピークが観測された。このことは、ドデカノール分子中に存在する酸素によって、S<sub>8</sub> が酸化した結果であると考えられるが、スペクトルのカーブフィッティングを実施することで、わずかな強度の S-C 結合成分が抽出され、議論できる可能性はあると考えており今後の課題としている。

また、S<sub>8</sub> がゴム分子に見立てた炭化水素分子と加硫反応を起こすために必要な温度まで十分に上げていないことも事実であり、沸点が 80°C 程度のエタノール中への S<sub>8</sub> の分散ではなく、加硫反応が見込まれるより沸点の高いアルコール分子中への S<sub>8</sub> 分散についても、今後の研究課題とすることを考えている。

さらに、バイアル瓶中に存在している「空間」である「大気成分」由来の酸素による残価の可能性も示唆されるため、「大気成分」を「感想窒素」や「ヘリウムガス」で置換した場合で作製した試料についての XAFS 測定の実施も検討したい。