



硫黄含有材料の XAFS 分析 1

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, システイン

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あり、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。これまでの結果としては、硫黄 K 吸収端近傍の軟 X 線の照射によりシステインが解離したスペクトルデータが得られ、かつ測定で利用した溶液セルの内壁に解離したシステイン分子が吸着しているという結果を得た。本課題では、システイン水溶液の濃度を変えた場合についての知見を得ることから始めたいと考えた。測定試料は、システイン水溶液とその標準試料(固体粉末)についての硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定を行う。また、炭素と硫黄が結合した S-C 結合の標準試料として加硫されたポリマーシート(加硫ゴム)についてのスペクトルを得ることを目的とする。

2. 実験内容

測定対象試料は、10 mL の濃度のシステイン水溶液を調整した。また S-S 結合の標準スペクトルを得るために、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_8 のエタノール中への溶解を促進させた溶液試料も準備した。しかしながら、すべての S_8 が溶解するわけではなく大部分の粉末物は沈殿しているため、その上澄みのエタノール 100 μ L を標準の測定試料とした。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

まず S-C ピークに起因したピークを得るために測定したシステイン水溶液のスペクトルでは、はっきりとしたピークが 2473 eV 付近に見られた。この結果と過去のスペクトルを比較すると、水溶液として調整した直後に測定したスペクトルと、調整後に数日が経過したスペクトルではわずかながら差異が認められた。これは、システインから水素イオンが解離した際に生成されるシステインチオレートの影響によるものと考えている。この結果からは、システイン水溶液の測定の際には、溶液試料調整後に時間経過の影響が無いように工夫する必要があるという知見が得られた。このシステインチオレート生成に起因するスペクトルの取得は、調整したシステイン水溶液濃度にどのように依存しているかについては不明で会った。場合によっては、5 mL やそれ未満の濃度でも測定にチャレンジする必要があると考えている。

エタノール中に分散させた硫黄粉末 S_8 のスペクトルについては、大きな自己吸収効果によってスペクトルが歪むこともなく、しっかりとしたスペクトルが得られた。これらシステイン水溶液と S_8 との結果を標準スペクトルとして、加硫調整したポリマーシートの NEXAFS 測定を行い定量的な解析に活用できることが分かった。