



AichiSR

金属ナノ粒子と吸着分子の XAFS 分析 (加硫ゴムにおける加硫反応の NEXAFS 測定)

八木伸也^{1,2,3}, 小川智史^{2,3}, 河合均³

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, 3 名古屋大学工学部

キーワード：金属ナノ粒子, 加硫反応, He-path, Sulfur K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

これまでの研究で、金属ナノ粒子の作製は種々の作製手段で成功しており、それぞれの金属ナノ粒子の諸物性についても明らかとしてきた。しかしながら、それら金属ナノ粒子の応用を考えた場合に、自動車に代表される「排気ガス浄化触媒」への応用は当然のごとく活用を念頭に置いた研究や開発が主たるものとなっている。近年では、燃料電池基板表面への応用を狙った研究や開発も多く報告され始めている。しかしながら、「複合材料」の中でも、ソフトマテリアルとの複合化を見据えた研究や開発は多く報告されていない。

一般的に、金属ナノ粒子の分析については、硬 X 線を用いた XAFS 分析が主流であり、ソフトマテリアルの分析については軟 X 線を用いた XAFS 分析や XPS 分析が主流である。一方でソフトマテリアルの多くは絶縁体や液体中に分散している試料系が多く、XPS 分析については分析が極めて困難な試料系が多く存在する。

そこで本研究では、XPS 測定はできないが、He-path を用いた軟 X 線 XAFS 分析を行うことで、チャージアップを心配することなく、かつ金属ナノ粒子を含む金属材料との反応を直接分析が可能な

「He-path NEXAFS 測定」を実施すること考えた。試料対象としては、ソフトマテリアルの代表格として「加硫ゴム材料」、金属ナノ粒子としては「金ナノ粒子」を選択している。ただし、本申請課題では、加硫ゴムに関しての「加硫反応」注目した分析に注力したものである。

加硫ゴムの研究については、本来は非常に混合(混練)が困難なゴム試料を使用するが、この作業を実施することは、一研究室の予算としてはかなり大変なものであるため、常温・常圧で「液体」である試料を分析試料として、スクアレンを選んでいる。

2. 実験内容

スクアレン及び硫黄粉末(S8)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、スクアレンと硫黄粉末を混合した試料を 2 ml 程度のバイアル瓶にとり、脱気作業を経た後に 90-160 度の温度で数 10 分から 3 時間程度の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、ポリプロピレンの溶液セル、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

図は、90 度で 1 時間加熱した試料に対して測定した NEXAFS スペクトルである。特徴的な 2472 eV 付近に見られるピークは、硫黄粉末中の S-S 結合に起因したピークである。ここでは詳細は述べないが、このスペクトルのカーブフィッティングを行ったところ、2473 eV 付近に S-C 結合に起因すると考えられるピーク成分の存在が示唆された。これまでの研究で、100 度未満の加熱では、加硫反応は生じていないと考えていたが、これを覆す結果が得られたため、今後も継続して試料調整条件を変えて詳細なデータを得ることを予定している。

