



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 II)

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：ドデカン, 硫黄粉末, 加硫反応, He-path, Sulfur K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

先の実験課題番号 201805026 で、スクアレンを 90°C で加硫反応を試みた試料に対する Sulfur K 吸収端 NEXAFS の結果では、測定時期をおいて測定したスペクトルに幾らかの有意な差が見られた。これを受け、本研究課題では、当初より明らかにしたいと考えていたドデカンの加硫反応について明らかにする目的で作製した試料に対して XAFS 測定を実施した。

まずは、測定試料に対して、測定範囲も SDD 検出器の位置を変えず XAFS 測定を実施し、スペクトルの差を議論することを目的とした。

2. 実験内容

ドデカン及び硫黄粉末(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、ドデカンと硫黄粉末を混合した試料を 2 ml サイズのバイアル瓶にとり、脱気作業を経た後に 90°C の温度で 3 時間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。

3. 結果および考察

図 1 は、90°C で 3 時間加熱したドデカン試料に対して測定した硫黄 K 吸収端 NEXAFS スペクトルを edge-jump で規格化してまとめたものである。2 つのスペクトルは、連続して測定したものであり、黒色のスペクトルが先に測定したものであり、赤色が後に測定したものである。1 回の測定に要する時間は、せいぜい 10 分程度である。

スペクトル中には、2472 eV 付近のピークに減少が、一方で 2482 eV 付近にピーク強度の増加が認められた。

これから考えられることは、硫黄に関する「S-S 結合の切断」と「S-O 結合の生成」である。このような「光化学反応」は、以前からも指摘されていたが、ここまで顕著に出てくるとは予想していなかった。また、過去にさかのぼって、いわゆる「測定によって継続した劣化反応した試料の平均的なスペクトル」を取得していたかどうかのチェックが必要となる。

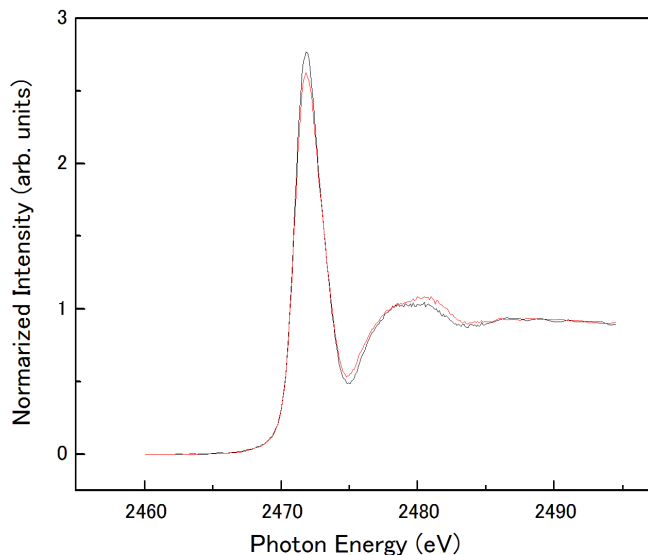


図 1. Dodecane 試料の S K-edge NEXAFS スペクトル

取得していたかどうかの