



## 軟 X 線を用いた Au ナノ粒子の化学状態分析

塚田千恵<sup>1</sup>, 八木伸也<sup>2</sup>

<sup>1</sup>名古屋大学 シンクロトロン光研究センター, <sup>2</sup>名古屋大学 未来材料・システム研究所

キーワード : Cl-K 吸収端 XAFS 測定, Au ナノ粒子, 液中プラズマ法

### 1. 背景と研究目的

CsCl 水溶液中で液中プラズマ法[1]を用いて作製した Au ナノ粒子(AuNPs)は、初めに直径 2 nm 程度で生成した後、時間経過に伴って、平衡の大きさまでオストワルト熟成により粒子成長する。粒子成長後の Au ナノ粒子に対して表面近傍の化学状態を X 線光電子分光測定で調べたところ、Cs-Cl-Au 結合の形成が明らかになった。しかし、同測定は乾燥させた Au ナノ粒子に対して実施しており、溶液中での化学状態は未解明である。そこで、あいちシンクロトロン光センターの BL6N1 に導入されている大気圧条件 XAFS システムを用いて、Au ナノ粒子コロイド溶液に対する Cl-K 吸収端 XAFS 測定を行い、Au ナノ粒子と結合している Cl の化学状態を水の存在下で明らかにすることを目的とする。

### 2. 実験内容

Au ロッドを CsCl 水溶液中で対向させ、そのロッド間にプラズマを発生させて Au ナノ粒子を作製した。粒子成長後の Au ナノ粒子コロイド溶液に対して遠心分離を行い、沈殿させたナノ粒子の分取と超純水の追加によるリンスを繰り返し行った。これらの操作により、Au ナノ粒子に結合していない Cl を除去した。リンス後に遠心分離で濃縮させた Au ナノ粒子コロイド溶液を溶液セルに入れた後、BL6N1 の大気圧条件 XAFS システムで、SDD を用いた蛍光 X 線収量の Cl-K 吸収端 XAFS 測定を行った。また、標準試料として CsCl 水溶液を測定した。

### 3. 結果および考察

Fig.1 に、Au ナノ粒子コロイド溶液の規格化前のスペクトルを二つ示す。青色のスペクトルの溶液を遠心分離により再濃縮したものが赤色のスペクトルである。エッジジャンプについて、再濃縮前は 0.0006 程度であったが、再濃縮後は 0.0030 程度となり、再濃縮によって測定時間の短縮と S/N の向上が確認された。よって、希薄な溶液試料を測定する場合、対象物を濃縮させる等の前準備が重要であると分かった。続いて、Fig.2 に、再濃縮後の Au ナノ粒子コロイド溶液と CsCl 水溶液の規格化後のスペクトルを示す。AuNPs(再濃縮後)に特徴的な 2827 eV 付近のピークは、CsCl 水溶液で見られなかった。また、CsCl 水溶液に特徴的な 2825 eV 付近のピークや 2827 eV 付近の肩構造は、AuNPs(再濃縮後)で確認できなかった。これらの結果から、AuNPs と結合した Cl は水溶液中で溶解しているときと化学状態が異なり、かつ、Cl は Au とほぼ一種類の化学状態で結合を形成していると予想される。

### 4. 参考文献

1. X. Hu *et al.*, *Cryst. Growth Des.* **12** (2012) 119.

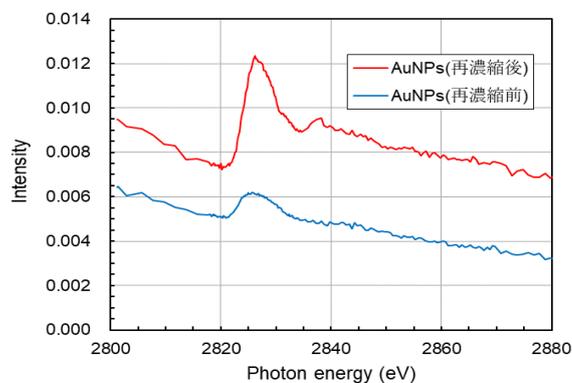


Fig.1 AuNPs コロイド溶液の濃縮前後.

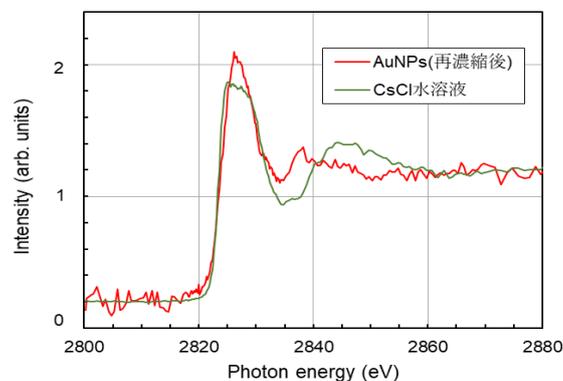


Fig.2 AuNPs コロイド溶液と CsCl 水溶液.