



CsCl 水溶液中で作製した Au ナノ粒子の Au と Cs に対する化学状態及び構造解析

塚田千恵

名古屋大学 シンクロトロン光研究センター

キーワード：Au-L₃及びCs-L₃吸収端 XAFS 測定, Au ナノ粒子, CsCl 水溶液, 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^[1,2]により作製した Au ナノ粒子(AuNPs)は、平均粒子径 2 nm 程度で生成した後、その NPs コロイド溶液を室温で放置してオストワルト熟成を促すことで、時間経過に伴って平衡の粒子径まで成長する。既往の実験で、平均粒子径 13 nm に成長した AuNPs をリンスして乾燥させた試料に対し、Au-L₃と Cs-L₃吸収端の NEXAFS 測定、および、Au-L₃吸収端 EXAFS 測定を行った。NEXAFS から、AuNPs のほとんどが Au で構成されており、その中に Cs が単原子で微量に取り込まれていることが分かった。EXAFS から同様の結果が示唆された。一方で、AuNPs はコロイド溶液として作製されたことから、水の存在下での NPs に対して解析を行うことが重要と考えられる。そこで、本研究の目的は、水の存在下における AuNPs の化学状態や局所構造を解明することである。

2. 実験内容

CsCl 水溶液中で対向させた Au ロッドの間にプラズマを発生させ、AuNPs コロイド溶液を作製した。このコロイド溶液を室温で放置してオストワルト熟成を促し、平均粒子径 13 nm の AuNPs を調製した。続いて、AuNPs に結合していない Cs を除去するために、AuNPs コロイド溶液に対して遠心分離を行い、沈殿した NPs を別容器へ分取した後、その別容器へ超純水を追加することで NPs をリンスした。このリンスの操作を複数回行った後、遠心分離により AuNPs を濃縮させた。溶液中で AuNPs が均一に存在する状態を作るために、リンス及び濃縮後の AuNPs コロイド溶液を溶液セルに入れてピペットで攪拌した。攪拌直後に、60 秒、300 秒、600 秒の Au-L₃吸収端 Quick XAFS 測定を BL5S1 で透過法により行った。

3. 結果および考察

Fig.1 に、リンス及び濃縮後の AuNPs コロイド溶液に対する 60 秒、300 秒、600 秒の Quick XAFS 測定から得た EXAFS 振動を示す。300 秒のスペクトルは 60 秒と形状が同じで、S/N の向上のみが見られた。一方、600 秒は 11 Å⁻¹ 付近から高波数側にかけて、それらスペクトルと形状が異なっていたため、溶液中の AuNPs の濃度が時間経過に伴って変化したと言える。よって、本溶液試料を XAFS 測定するときは、長時間よりも短時間での測定の方が望ましいと分かった。また、300 秒で測定した AuNPs の EXAFS 振動から得られた動径構造関数は、試料の不均一性に由来するゴーストピークがほとんど見られなかった。

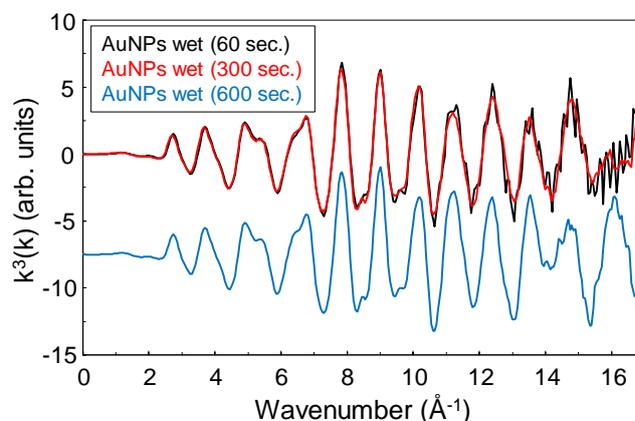


Fig.1 AuNPs コロイド溶液に対して各秒数で Au-L₃吸収端 Quick XAFS 測定して得た EXAFS 振動。

4. 参考文献

1. X. Hu *et al.*, Cryst. Growth Des. **12** (2012) 119.
2. 行木啓記、「トライアルコア～愛知県のプラズマ技術産業応用の取り組み～」プラズマ科学が拓くものづくり新世代 (2013).