



液中プラズマ法で作製した金属ナノ粒子の XAFS 分析

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：Cs-L₁ 吸収端 NEXAFS 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 をリンスした試料に対し、Au-L₃ と Cs-L₃ 吸収端の XAFS 測定を行ったところ、AuNPs のほとんどが Au で構成されており、その中に Cs が 3 価で単原子として微量に取り込まれていると示唆された。しかし、AuNPs 中で Cs-Au 結合が形成されているのかどうかを確認できなかったため、結合の有無により大きくスペクトルが変化すると予想される Cs-L₁ 吸収端 NEXAFS 測定を試みることにした。また、AuNPs 中の Cs は非常に微量であり蛍光法での測定が必須だが、Cs-L₁ 吸収端における検出器の Region Of Interest (ROI) の設定範囲が不明である。そこで、本ビームタイムで CsCl 水溶液を用いて ROI の範囲の検討を行ったため報告する。

2. 実験内容

10 mM CsCl 水溶液を溶液セルに挿入した後、BL5S1 のシリコンドリフト検出器(SDD)で Cs-L₁ 吸収端 NEXAFS のエネルギー範囲を測定した。測定時に保存した Multi Channel Analyzer (MCA) のデータに対し、MCAROI¹⁾を用いて ROI の範囲を検討した。

3. 結果および考察

Fig.1 に、入射 X 線エネルギー 5.80 keV における CsCl 水溶液の蛍光 X 線分析(XRF)の結果を示す。既往の経験から、Cs の L₃ 吸収端 XAFS スペクトルは、XRF で 4.30 keV のピークに ROI を設定して得られると分かっている。このピークは Cs-L α_1 , L α_2 線であり、それぞれ M₅, M₄ 殻から“L₃ 殻への遷移”に由来する。この結果を踏まえると、Cs の L₁ 吸収端 XAFS スペクトルは、XRF で“遷移後の軌道が L₁ 殻”の Cs-L β_3 , L β_4 線に ROI を設定することで得られると予想される。そこで、Cs-L β_3 , L β_4 線を含む 4.65 keV のピークに ROI を設定して、Cs-L₁ 吸収端 NEXAFS スペクトルを取得した (Fig.2 (a)規格化前、(b)規格化後)。また、参考に、4.30 keV のピークに ROI を設定したスペクトルも併せて示す。ROI 4.30 keV でも XAFS スペクトルを得られたが、ROI 4.65 keV のスペクトルの方が S/B が 3 割程度減少しており、S/N も明らかに良好であった。よって、今後は XRF で 4.65 keV のピークに ROI を設定することにする。

4. 参考文献

1. 蛍光 XAFS データの ROI 切り直しソフト MCAROI

(http://www.astf-kha.jp/synchrotron/userguide/files/InstallerMCAROI_64bit.zip) 2019 年 5 月 20 日 最終閲覧。

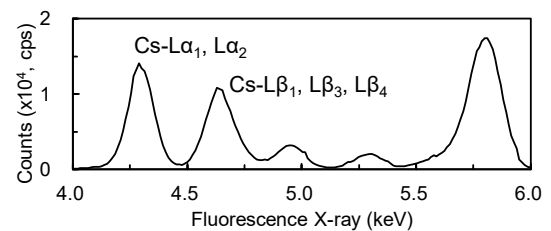


Fig.1 CsCl 水溶液の蛍光 X 線分析.

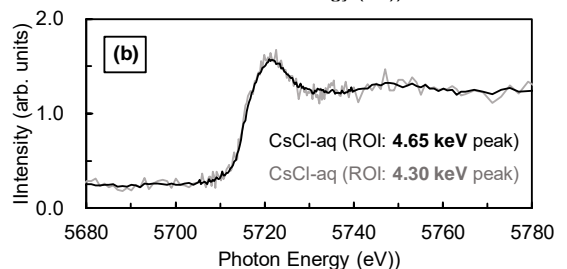
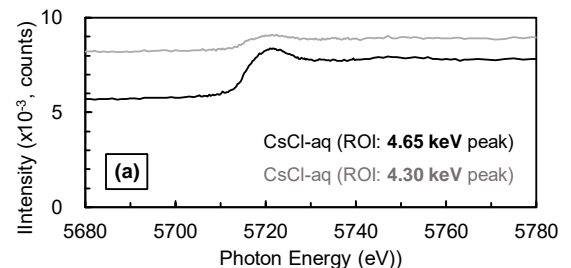


Fig.2 Cs-L₁ 吸収端 NEXAFS スペクトル (a)規格化前、(b)規格化後。