



## CsCl 水溶液中で作製した Au ナノ粒子の Cl に対する化学状態分析

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：Cl-K 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<sup>[1,2]</sup>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 に取り込まれた Cl の水の存在下における化学状態を調べるために、あいちシンクロトロン光センター BL6N1 で Cl-K 吸収端 NEXAFS 測定を行った。そこで、CsCl 水溶液のスペクトルに存在しない 2826.3 eV のピークが AuNPs に確認され、Cl-Au 結合の存在が示唆された。本ビームタイムでは、既往の実験と同様の測定を行い、結果の再現性を確認することを目的とする。

### 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 Cl 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。リンス及び濃縮後の AuNPs 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、シリコンドリフト検出器を用いた蛍光 X 線収量法の Cl-K 吸収端 NEXAFS 測定を行った。また、標準試料として、CsCl 水溶液を測定した。なお、 $K_2SO_4$  粉末の第一ピークが 2481.7 eV になるようにエネルギー較正を行った。

### 3. 結果および考察

Fig.1 に、エッジジャンプで規格化した AuNPs コロイド溶液 (AuNPs と記す) と CsCl 水溶液 (CsCl aq. と記す) の Cl-K 吸収端 NEXAFS スペクトルを示す。AuNPs には、CsCl aq. で見られない 2826.3 eV のピークが確認された。これは Cl-Au 結合に由来すると想定される。本結果は既往の実験と同じ結果であり、再現性が得られた。また、AuNPs のスペクトルの立ち上がり位置が、黄色で示すように、微量ではあるが CsCl aq. と比べて低エネルギー側に存在していた。2820 eV 付近は、錯体構造の  $[AuCl_4]$  に起因する特徴的なピーク位置と同じであるため<sup>[3]</sup>、AuNPs の中には局所的に  $[AuCl_4]$  に似た構造も形成されていると推測される。

### 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).
3. 伊藤翼ら／訳、「遷移金属錯体の電子スペクトル」培風館 (1974).

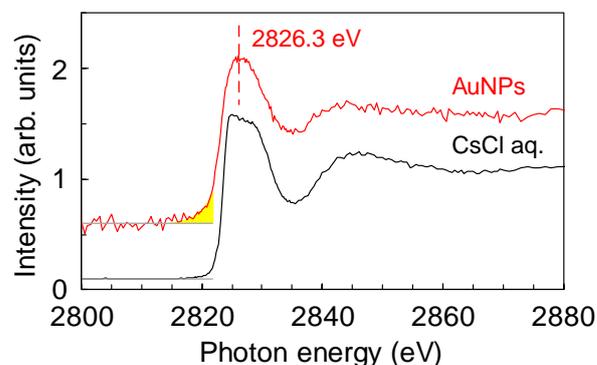


Fig.1 AuNPs コロイド溶液と CsCl 水溶液の Cl-K 吸収端 NEXAFS スペクトル。