



固定化金属触媒の XAFS 測定

白井 そら, 邨次 智, 唯 美津木
名古屋大学大学院理学研究科物質理学専攻(化学系)

キーワード : 金属錯体, 固定化金属触媒, XAFS

1. 背景と研究目的

アキラルな錯体を、キラル配位子を表面に設けた新規キラル固体表面への固定化を通し、特定のエナンチオマーへと確実に変換する新しい固定化キラル金属錯体の創出法を目指している。今回、キラル固体表面へ固定化した固定化キラル金属錯体触媒の構造解析を進めた。

2. 実験内容

固定化を行うための Tb 錯体前駆体 (Tb)、およびそれをキラル固体表面 (酸化物担体 : シリカ) に固定化した固定化 Tb 錯体 (Tb/L(R/S)/SiO₂) の Tb L_{III} 端 XAFS は、分光結晶 Si(111)を用い、7.2 keV から 8.7 keV の範囲で測定した。イオンチェンバー導入ガスは、I0 に N₂ 100%, I1, I2 に N₂ 90%, Ar 10%とした。測定では高次光除去ミラーを挿入した。なお、試料は不活性雰囲気下必要量をセルに詰め、測定の直前までシールパックで保管した状態で AichiSR に持参した。クライオスタットへの導入直前にシールパックを開封し、クライオスタット内で 18 K まで冷却した後、透過法で測定を行った。

エネルギー軸は Fe Foil の K 端 XANES スペクトルの吸収端の一次微分を 7111.2 eV で校正を行った。

3. 結果および考察

Fig. 1 に Tb 錯体前駆体 (Tb)、およびそれをキラル配位子を修飾した酸化物担体に固定化した固定化 Tb 錯体 (Tb/L(R/S)/SiO₂) の Tb L_{III} 端 XANES を示す。Pre-edge の立ち上がりの比較により、Tb/L(R/S)/SiO₂ の Tb 価数は Tb の 3 価を踏襲していることが推察された。用いた Tb 錯体前駆体 (Tb) の量が少なく、必要なエッジジャンプを獲得できなかったため、次回は適正量を用い、再測定を行う予定である。

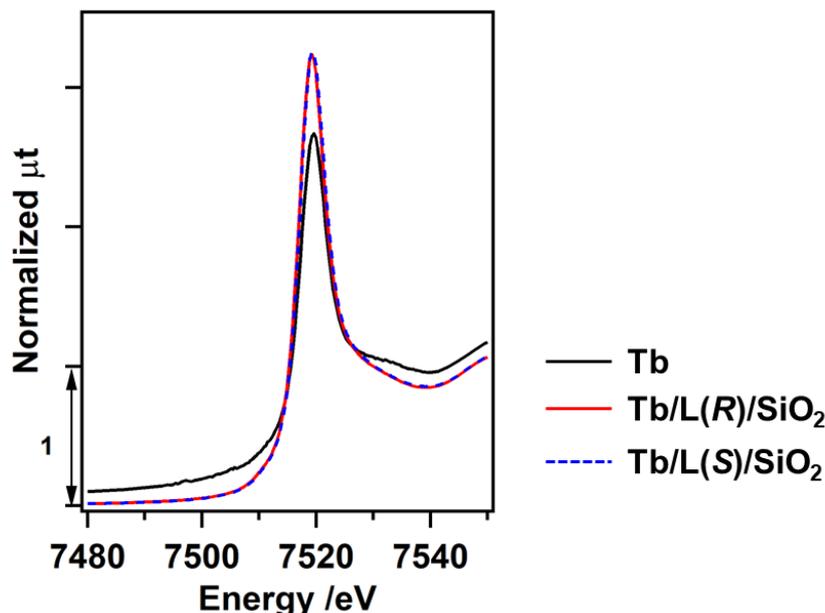


Fig.1 Tb L_{III}-edge XANES of Tb and Tb/L(R/S)/SiO₂ measured at 18 K.