



硫黄含有材料の XAFS 分析

八木伸也

名古屋大学未来材料・システム研究所

キーワード：金ナノ粒子， L-Cysteine， He-path， 硫黄 K 吸収端 NEXAFS

1. 背景と研究目的

令和元年度では、分子中に硫黄元素を含む分子と炭化水素化合物の化学反応変化について、多くの試料に対して硫黄 K 吸収端 NEXAFS を測定し、その NEXAFS スペクトルの再現性や試料調製手順に対する個体差の有無について精査することを実施した。今年度の研究初期は、金属から成るナノ粒子と硫黄を含む分子の吸着反応を明らかにすることを目標に設定した。中でも、金原子と結合する硫黄原子に起因する NEXAFS ピークについては、はっきりとした分光学的なエビデンスが示されている論文などが無く、金属原子と硫黄を含む分子の吸着反応を解明する際の大きな障害となっている。そこで本研究課題では、金ナノ粒子が存在するコロイド水溶液中に硫黄原子を含む L-Cysteine を溶解した水溶液を混合し、これまでに明らかにされていなかった金原子と結合する硫黄原子に起因する NEXAFS スペクトルの取得を目指すことを目的とした。

2. 実験内容

金ナノ粒子を含むコロイド水溶液は、NaCl 水溶液中で低温プラズマ放電を利用して作製する“液中プラズマ法”にて作製した。この手法で作製した金ナノ粒子は、概ね 10 nm 程度の大きさを有している。特徴としては、金、水、そして電解質として添加する NaCl のみが存在している環境下で作製され、いわゆる高分子化合物などの界面活性剤を一切用いることなく、年単位でコロイド状態が安定していることである。作製した金ナノ粒子コロイド溶液 4 ml に、秤量した 20 mg の L-Cysteine を混合し、数日間の反応時間を経過させ、沈殿物が無い状態のコロイド水溶液部分を分析することを実施した。

硫黄 K 吸収端 NEXAFS 測定は、BL6N1 の末端に設置されている He-path、ポリプロピレンの溶液セル、SDD 検出器を用いて部分蛍光収量法で行った。ビームラインの分光結晶は、InSb(111)を利用した。

3. 結果および考察

試料溶液に含まれる硫黄原子量としては、十分分析が可能な濃度であることが確認できたが、結果としては、X 線照射による L-Cysteine の分解が原因として考えられる NEXAFS スペクトルが得られた。ここでは示さないが、測定時間としては、1 回の NEXAFS 測定に 5 分間弱の時間を要しており、同じ場所に X 線を照射して複数回の連続測定を実施している際に、徐々にスペクトル形状が変化の様子が得られた。この対策としては、1 回に測定する時間の短縮やビームサイズを小さくし、かつ測定位置を変えながら NEXAFS 測定を実施する等が考えられ、次回の測定時に施行することを考えている。