

# 金ナノロッド成長過程のその場観察とビームモニター装置の開発

## *In-situ* observation of gold nanorod during rod formation and Development for beam monitor apparatus

森田 剛, 田中 英一, 新谷 理恵, 日野 和之

Takeshi Morita, Eiichi Tanaka, Rie Shingai and Kazuyuki Hino

Department of Chemistry, Faculty of Education, Aichi University of Education, Kariya 448-8542, Japan

\*e-mail: tmorita@aeu.ac.jp

【序】金ナノロッドは、ロッド状の形状をした金ナノ粒子である。球状のナノ粒子と異なり、形状に異方性を有するため、様々な特異な性質を発現し注目されている。金ナノロッドは、球状の金微粒子が界面活性剤を金型として凝集し、ロッド状に成長し形成するとされている。しかし、形成過程に対し十分な検討はされておらず、その成長過程には不明な点が多い。金ナノロッドの合成過程をその場観察で小角X線散乱(SAXS)測定を行い、ロッド成長過程を時間分解の SAXS 法でとらえ、解析することを目的とする。

【実験】 SAXS 測定は BL-15A にて、初めての試みとして 2 シリーズを行った。検出器にはイメージングプレートを用い、フェーディング現象に注意を払いながら読み込みを行った。金ナノロッドはシード法[1]により合成し、アスペクト比は 4 となるよう反応を制御した。seed と growth の各溶液を混合し、反応開始後 181 から 3600 秒まで約 300 秒おきに全 10 点を測定し時間分解測定を行った。露光時間は各反応時間で 60 秒であった。

【ビームモニター装置の開発】 SAXS シグナルを解析する際に重要となる透過光強度(吸収係数)を反応中でもその場追跡でき、測定できるシステム[2]を用いた。ビームストップに埋め込まれたフォトダイオードにより、ダイレクトビームを高精度にモニターする。真空チャンバー内に設置されるため、機器の追加により寄生散乱を全く生じない。装置は、BL-15A のユーザーに公開されている。図 1 にはオフセットタイプのセンサーを示す。 $s(4\pi\sin\theta/\lambda, 2\theta$ :散乱角)値で  $0.008\sim 0.3 \text{ \AA}^{-1}$  の、吸収係数を同時計測しながらの SAXS 測定が可能である。

【結果と考察】 図 2 に 5 点の SAXS シグナルを示す。反応進行につれ、seed 溶液の球状金ナノ粒子に由来する緩やかなプロファイルから、ロッド形成を示す急激な立ち上がりが見られる。743 秒以降で変化は鈍化し、1660 秒以降で変化は収束した。これより、反応初期の 15 分程度でロッド形成が急速に進行することがわかった。

次に、SAXS シグナルをフーリエ変換し距離分布関数を得た。距離分布関数からは、散乱体の最大径が正確に見積もることができ、ロッド成長過程を正確に追跡できる。この結果も含め発表する。

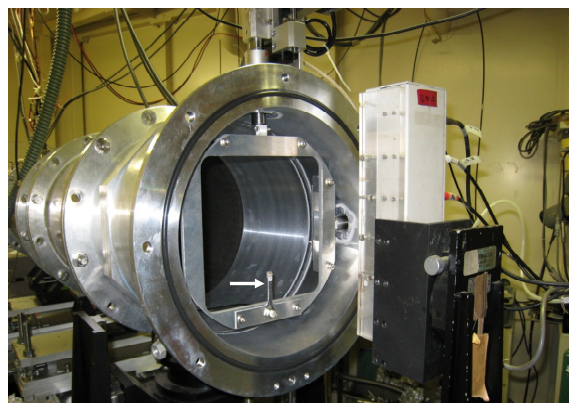


Fig.1 Beam monitor apparatus situated at 15A.

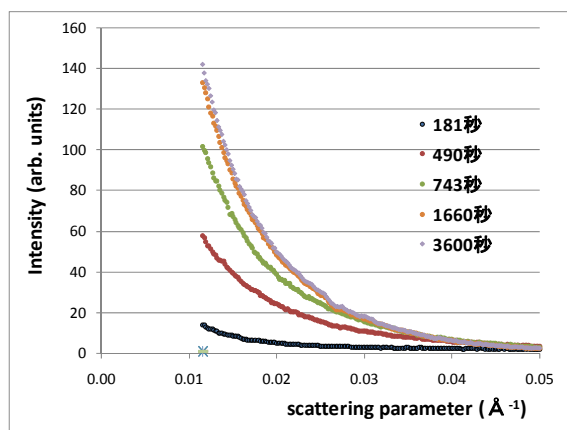


Fig. 2 *In-situ* SAXS observation during rod formation.

### References

- [1] B. Nikoobakht and M. A. El-Sayed, Chem. Mater. **15** (2003) 1957.
- [2] T. Morita, Y. Tanaka, K. Ito, Y. Takahashi, and K. Nishikawa, J. Appl. Cryst. **40** (2007) 791.