利用課題番号 : F-13-WS-0050

利用形態 : 技術代行

利用課題名(日本語):金属ナノ粒子作製用添加剤の挙動解析

Program Title (English) : Effect of Additives for Metal Nano-particles on Electrochemical Reduction

利用者名(日本語) : 石井 智紘

Username (English): Tomohiro ISHII所属名(日本語): 古河電気工業㈱

Affiliation (English) : Furukawa Electric Co., LTD.

1. 概要(Summary):

金属ナノ粒子はバルクには見られないさまざまな特性を有している。この為、バイオセンシング、光学センサ、セラミックや樹脂との複合化材料、導電性ペースト等多様な分野への応用が検討されている。ナノ粒子は物理的あるいは化学的な手法を用いて合成されるが、化学的な手法は制御性の面で有利とされている。化学的な手法のなかで、カソード上での還元によりナノ粒子を生成する電気化学的な合成プロセスが報告されている。このプロセスでは、電解条件により、生成物の樹枝状成長や凝集の問題が指摘されている。本研究では電解法による金属ナノ粒子の合成を試みると共に、有機添加剤がその析出形態や微細構造へ与える影響について検討を行った。

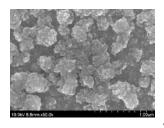
2. 実験 (Experimental):

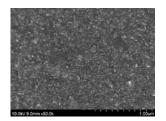
20 mm 角のガラス基板に,下地層として Cr 10 nm / Ag 100 nm (EB 蒸着)を形成し,カソードとした. 電解浴には酢酸銅系を用いた.析出挙動解析には電気化学測定装置 (HZ-5000),形態観察は電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM, S-4800),結晶構造評価には X 線回折装置 (RINT- Ultima Ⅲ) および顕微ラマン分光装置 (Nanofinder30)を用いた.

3. 結果と考察 (Results and Discussion):

金属ナノ粒子合成後のカソード表面のSEM像を Fig.1 に示す。粒子合成後のカソード表面において、浴中にPolyvinylpyrrolidone (PVP)を添加することにより粒子が細かくなることが確認された。Fig.2 にラマン分光測定結果を示す。 H_2O 中でのPVPの測定において、 $1650 \, \mathrm{cm}^{-1}$ 付近にPVPのカルボニル基に帰属するピークが確認された。このピークは酸性溶液中では高波数側、また電解還元中では低波数側へシフトすること

が確認された.電子供与体であるPVPのカルボニル基にH⁺が配位し、(H-PVP) ⁺となることに伴い、カルボニル基のピークが高波数側へシフトし、さらには電解還元中の電子移動により(H-PVP)⁺がカソード上へ吸着することに伴い、低波数側へシフトしたと考えている.PVPのカルボニル基のカソード上への吸着がFig.1に示す球状の均一な金属ナノ粒子成長につながったものと考えている.





(a) PVP 添加なし 500 nm カソード表面

(b) PVP 添加 カソード表面

Fig.1 SEM images of the samples.

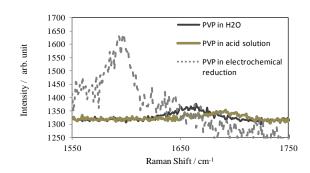


Fig. 2 Raman spectra of the samples.

<u>4. その他・特記事項 (Others)</u>: なし。

<u>5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)</u>:なし。

6. 関連特許 (Patent): なし。