

利用課題番号 : F-15-WS-0029
利用形態 : 技術代行
利用課題名(日本語) : 金属ナノ粒子形成過程の解析、及び形成した金属ナノ粒子の特性評価
Program Title(English) : Analysis of the synthesis and evaluation of the properties for Metal Nano-particles
利用者名(日本語) : 石井 智紘
Username (English) : Tomohiro ISHII
所属名(日本語) : 古河電気工業株
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。ナノ粒子生成においては凝集防止や保護剤として poly(vinyl-pyrrolidone) (PVP) (Fig. 1) 等の電子供与基を持つ高分子を用い、金属イオンと酸素や窒素原子と配位することが報告されている^{1, 2)}。本研究では電解還元金属ナノ粒子生成における反応過程解析や PVP 添加効果についてプラズモンセンサを用いたラマン分光測定やゼータ電位測定を行い、解析を進めた。

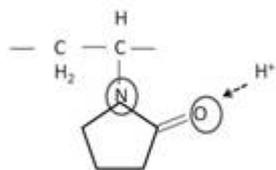


Fig. 1. Structure of PVP.

2. 実験 (Experimental) :

【利用した主な装置】

- ・電界放射型走査電子顕微鏡 (S-4800, Hitachi High-Technologies Corp.)
- ・顕微ラマン分光装置 (Nanofinder30, TOKYO INSTRUMENTS, INC.)

【実験方法】

20 mm 角のガラス基板に、下地層として Cr 10 nm / Ag 100 nm や Cr 10 nm / Au 100 nm (EB 蒸着) を形成し、カソードとした。電解浴には硫酸銅、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-7000)、形態観察は電界放射型走査電子顕微鏡 (S-4800, Hitachi High-Technologies Corp.) を用いた。ゼータ電

位測定 (ELSZ-2000, Otsuka Electronics Corp. LTD.) や顕微ラマン分光装置 (Nanofinder30, TOKYO INSTRUMENTS, INC.) を用い、粒子解析を進めた。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

Fig. 2 に PVP 溶液のゼータ電位測定結果を示す。アルカリ溶液ではマイナス電位、酸性溶液ではプラス電位となることが確認された。1650 cm^{-1} 付近の PVP のカルボニル基と 1200 cm^{-1} 付近の CN に帰属するピークに着目すると電解還元中や脱離粒子ではこれらのピークが低波数側へシフトすることが確認された (Fig.3 参照)。このことからカソード表面、脱離粒子に PVP が配位していることが示唆された。プラスに帯電した PVP が電解還元反応過程においてカソード表面近傍まで移動し、カソード表面での水素脱離、さらには CN のアニオン吸着によりカソード表面、脱離粒子に PVP が配位したものと考えている。

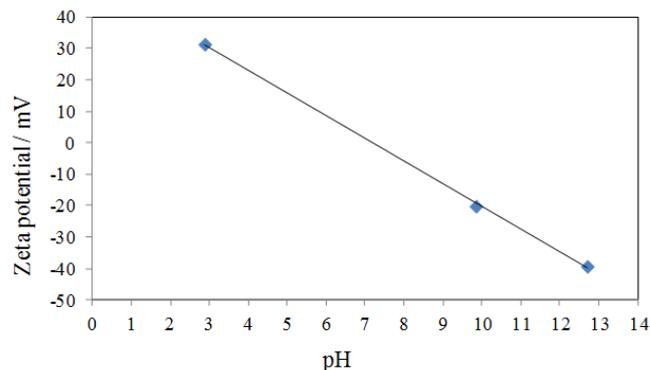


Fig. 2. Zeta potential measurement of PVP.

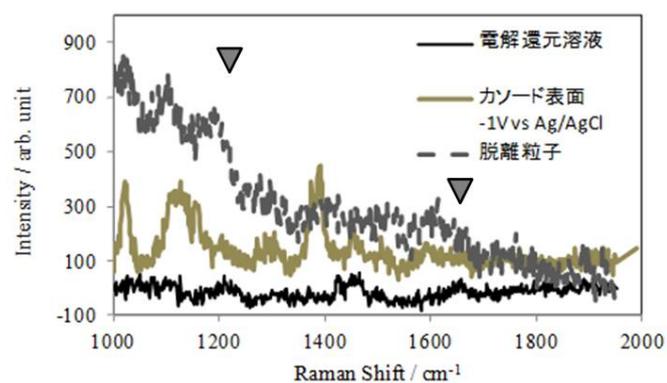


Fig. 3. Raman spectra on the process of the synthesis for metal nano-particles.

4. その他・特記事項 (Others)

参考文献

- (1) 石井智紘, 藤原英道, 齋藤美紀子, 本間敬之, 日本銅学会第 55 回講演大会, 平成 27 年 11 月 3 日.
- (2) 齋藤美紀子, 石井智紘, 藤原英道, 本間敬之, 表面技術協会第 133 回講演大会, 平成 28 年 3 月 22 日.

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

なし。