

利用課題番号 : F-16-WS-0061  
 利用形態 : 技術代行  
 利用課題名 (日本語) : 金属ナノ粒子形成メカニズムの解析, 及び金属ナノ粒子の表面特性評価  
 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。従来から量産性に優れた金属ナノ粒子生成として電解還元法の研究を進めてきた。電解還元法では原料の再利用が可能であることや使用する試薬が安全であることからナノ粒子生成においては有効な方法であると考えられる。今回ナノ粒子の形態観察や顕微ラマン分光を用いた評価を進めた。

### 2. 実験 (Experimental)

#### 【利用した主な装置】

FE-SEM、顕微ラマン分光装置

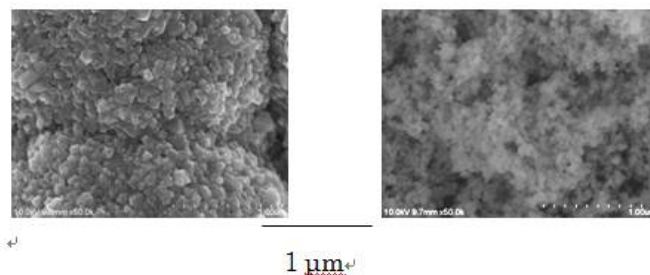
#### 【実験方法】

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)、形態観察は走査電子顕微鏡 (S-4800) で行い、粒子解析は顕微ラマン分光装置 (Nanofinder30) を用いた。

### 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

本電解還元法では平滑膜の電析を行うのではなく、カソード電極上での粒子生成、その後の溶液中での脱離粒子の回収を行うことを特徴としている。従って拡散律速反応となる過電圧の大きい条件で電析を行っている。Fig. 1 に電解後のカソード電極上と脱離粒子の FE-SEM 像を示す。50-100 nm の粒子生成となることを確認した。このような粒子生成となる要因としては過電圧が大きいことにより不連続膜となること、溶液とカソード基板界面でのアルカリ環境場、さらに

は有機添加剤の効果によりナノ粒子生成に至るものと考えている。Fig. 2 に電解後のカソード電極上の青色を呈した物質の顕微ラマン分光測定結果を示す。市販の水酸化銅の測定結果 (Fig. 2(a)) も併せて示す。本結果からに  $480\text{cm}^{-1}$  のピークがカソード電極上と水酸化銅では一致していることから電解中のアルカリ環境場によりカソード電極上に水酸化銅が形成し、抵抗値の増加や粒子の成長が制限され、ナノ粒子の生成や溶液への脱離につながるものと考えられた。



(a) On a cathode (b) Dispersed particles

Fig. 1. FE-SEM images of the samples

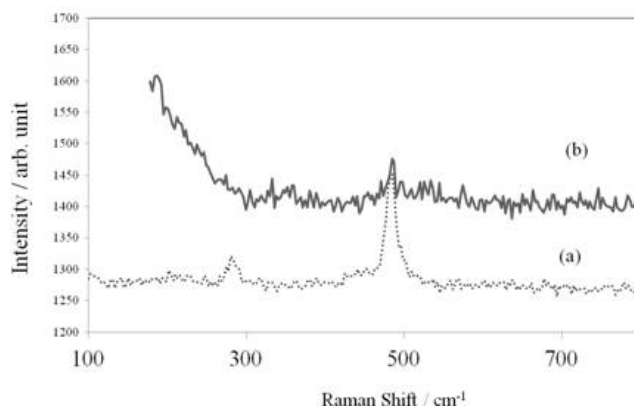


Fig. 2. Raman spectra on the cathode electrode surface (b) and Copper hydroxide powder (a).

### 4. その他・特記事項 (Others)

#### ・関連文献

(1) 石井智紘, 藤原英道, 齋藤美紀子, 本間敬之, "Formation and Characterization of Cu Nanoparticles prepared by Electrochemical

Reduction”, 2016, Journal of Instituted Copper, Vol. 55, p. p.101-107. (Jun 2016).

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

なし。