

ポリイミドフィルム中の銅ナノ粒子の 粒子径分布測定

はじめに

金属ナノ粒子はその大きさからサイズ効果と呼ばれる現象によって、バルク体とは異なる性質を示します。このとき、粒子の大きさのばらつきを均一化させることにより、優れた特性を発揮させることができます。ばらつきを均一化させるために、ナノ粒子の周りにコーティングを行い、溶液中での凝集を防ぐ、あるいは高分子に分散させるなどの工夫を行います。高分子フィルムにナノ粒子を分散させた場合、ナノ粒子の大きさやばらつきを見積もりを行うためには透過電子顕微鏡(TEM)写真による観察が一般的でしたが、試料調製に時間がかかることやナノメートルサイズの観察のため全体の平均的な情報を知ることができないなどの問題がありました。X線小角散乱法を用いると、試料の切断や前処理を行うことなく数10分の測定・解析でフィルム中のナノ粒子の大きさとばらつきを見積もることができます。

測定・解析例

イオン交換によりポリイミドフィルム中に銅を分散させた試料を還元処理することにより、銅のナノ粒子を分散生成させた試料を作製しました。還元処理温度は250°C及び400°Cです。図1の写真はそれぞれの温度で作製されたフィルムの断面TEM写真です。図2は、X線小角散乱法により得られたX線小角散乱プロファイルを粒径・空孔径解析ソフトウェアNANO-Solverを用いて解析した結果です。その結果、250°Cで作成したフィルム中の銅ナノ粒子の平均粒径は3.9 nm、400°Cで作成したフィルム中の銅ナノ粒子の平均粒径は8.8 nmと解析することができ、TEM写真の結果と相関が得られました。

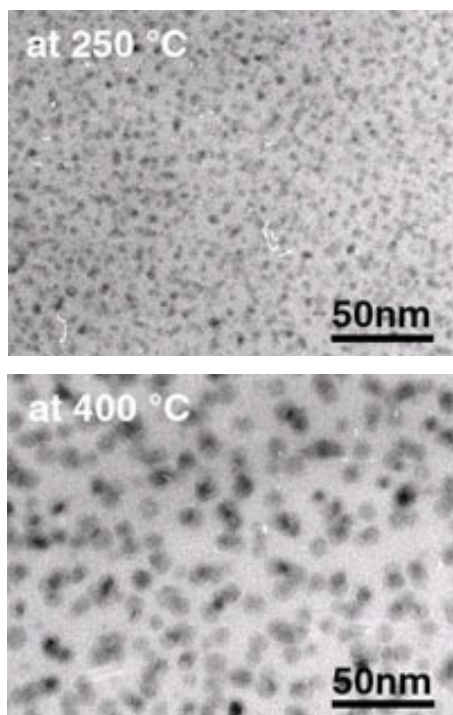


図1 ポリイミドフィルム中銅ナノ粒子の断面TEM写真
(上: 試料作製温度250°C 下: 試料作製温度400°C)

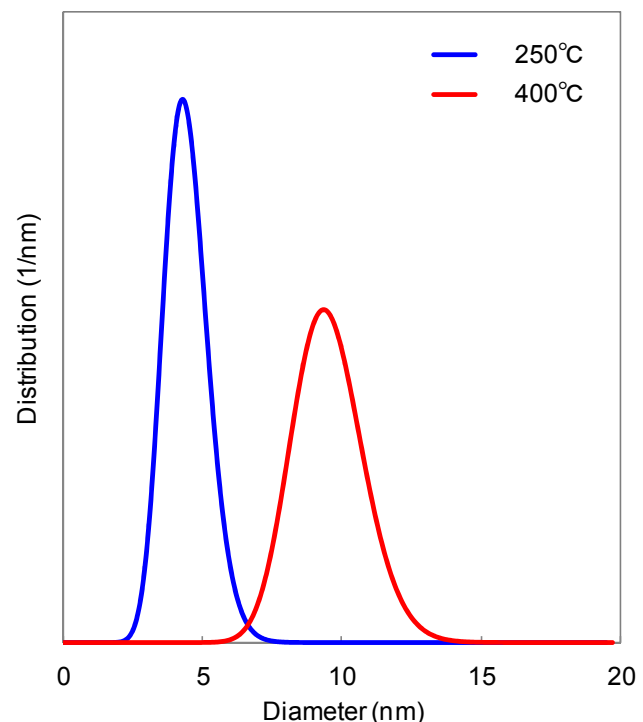


図2 NANO-Solverを用いて解析した
銅ナノ粒子の粒径分布

試料ご提供 : 甲南大学理工学部 縄舟秀美教授・赤松謙祐講師

推奨装置・ソフトウェア

- ▶ 試料水平型多目的X線回折装置 Ultima IV
- ▶ 全自動水平型多目的X線回折装置 SmartLab
- ▶ 粒径・空孔径解析ソフトウェア NANO-Solver