

MiniFlex300/600 による結晶子サイズの算出(2)

～Au ナノ粒子～

はじめに

ナノ粒子は、物質をナノメートルオーダーの粒径に加工したものです。粒径を小さくすることで比表面積が大きくなると同時に量子サイズ効果が生じることで、バルクの状態では見られない新たな物性、特性を有します。ナノ粒子の特性はその大きさに依存することが多く、X線回折測定ではピークの幅から算出できる結晶子サイズで評価を行うことが可能です。

測定・解析例

金(Au)はナノ粒子として溶液中に分散した状態になると、Au粒子が特定の波長の光を吸収するプラズモン吸収が起こります。この現象を利用して古くからガラスの着色(ステンドグラスや高級ガラス食器など)に利用されてきました。現在では光学センサーや有機エレクトロニクス、バイオセンサー(目的のタンパク質と特異的に結合する抗体たんぱく質にAuナノ粒子を修飾し、目視により目的のタンパク質が含まれているかを調べる)などに利用されています。X線回折装置を用いた結晶子サイズの算出は被検試料と十分に大きな結晶子を持つ標準試料を測定し、そのピーク幅の差分から、シェラーの式を用いて算出できます。図1に被検試料であるAuナノ粒子溶液を無反射試料板の上に0.1ml滴下し、乾燥させた試料を測定して得られたX線回折パターンを示します。

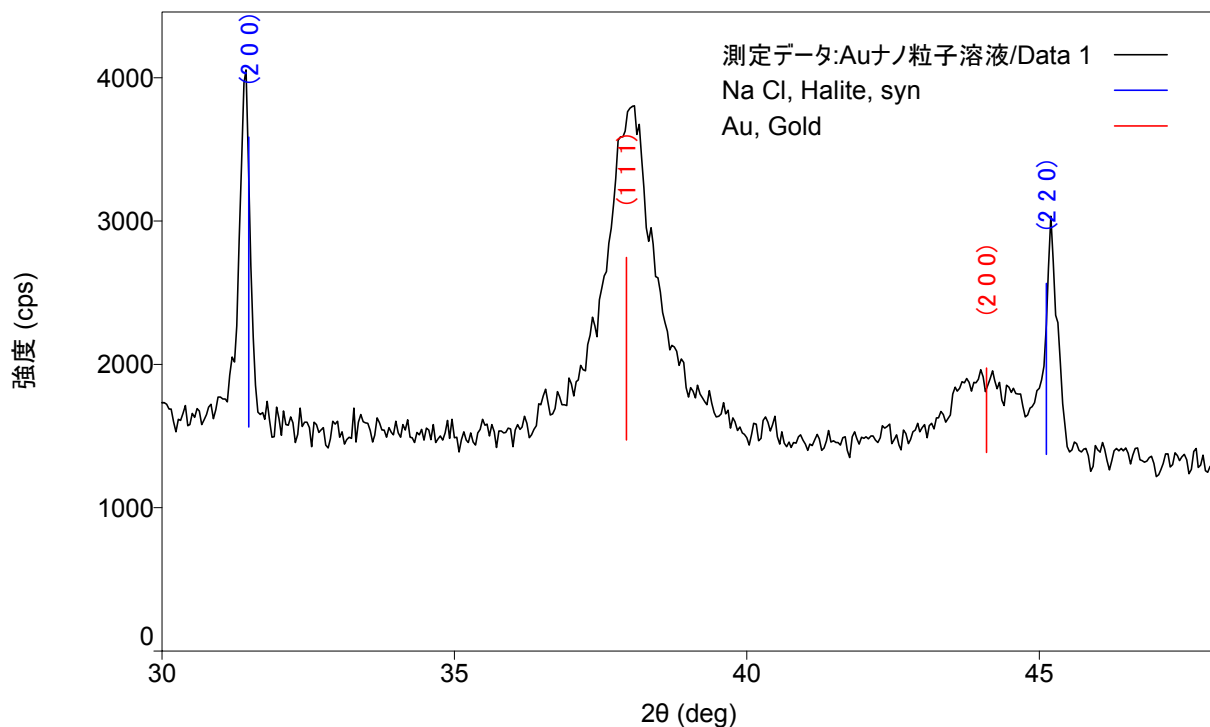


図1 Auナノ粒子溶液(乾燥後)のX線回折パターン(NaClは緩衝溶液から析出した溶質物)

ピークの積分幅からシェラーの式を用いて結晶子サイズを算出したところ、Au(111)に垂直な方向の結晶子の大きさは約8 nmであることがわかりました。

測定条件 : MiniFlex600(ファインフォーカス管球 40 kV, 15 mA), 検出器 : D/teX Ultra(Kβフィルター使用), スリット系 : DS = 0.625°, SS = 13 mm, RS = 13 mm, 入射・受光ソーラスリット = 5°, 入射高さ制限スリット = 5 mm

測定条件 : 広範囲(測角範囲 2θ = 30 ~ 48°, サンプリグ間隔 0.04°, 走査速度 10° / min.(約2分)) Au(111)部分のみ(測角範囲 2θ = 33 ~ 42.8°, サンプリグ間隔 0.1°, 走査速度 2° / min.(約5分))