

3P009

## 粒径選別ナノ粒子により構成されるグラニューラ膜の生成および評価

(<sup>1</sup>慶大理工、<sup>2</sup>JST-CREST) ○川端小百合<sup>1</sup>、直野泰知<sup>1</sup>、許勝憲<sup>1,2</sup>、中嶋敦<sup>1,2</sup>

【序】バルクでは不活性な金は、固体物質の大きさがナノメートルサイズになるとサイズや粒形に応じた特殊な触媒活性や光物性を示すことが知られている。近年、金ナノ粒子のこのような特性を利用したナノ構造体材料の創成が盛んに行われており、金ナノ粒子の精密な粒径制御と基板上での粒子の形態制御が重要な課題となっている。本研究ではレーザー蒸発法によって気相中に生成させた金ナノ粒子を、微分型電気移動度粒径選別器(DMA)に導入して粒径選別し、ケイ素基板上に蒸着する方法を新たに開発することによって、粒径選別された金ナノ粒子により構成されるグラニューラ膜の作製と評価を行った。

【実験方法】真空槽中において金試料基板を Nd<sup>3+</sup>:YAG レーザー光 ( 532 nm, 30 Hz, 90 mJ/pulse )を用いてレーザー蒸発した後、ヘリウムガスで冷却することによってナノ粒子を生成させた。それらの粒子を印加電圧および流量を最適化した DMA に導入し、粒子移動度の差を利用して特定の粒径のナノ粒子のみを選別してケイ素基板上に蒸着した。このようにして粒径選別された金ナノ粒子から成るグラニューラ膜を作製した。グラニューラ膜の評価は走査型電子顕微鏡(SEM)、X線回折装置、透過型可視・紫外領域分光光度計を用いて行った。また生成させたナノ粒子の粒径および形状の評価は透過型電子顕微鏡 ( TEM ) を用いて行った。

【結果および考察】 図 1(a) に DMA で粒径選別した金ナノ粒子の TEM 像、(b)にその粒径分布を示す。選別前の粒子粒径が数 nm から数  $\mu\text{m}$  と広い粒径分布をもっていたのに対し、選別された粒子の平均粒径は  $14.3\pm 0.8\text{ nm}$  であった。このことは DMA によって標準偏差を平均粒径の 10 パーセント未満に抑えて、単分散で形の揃った金ナノ粒子の粒径選別ができること

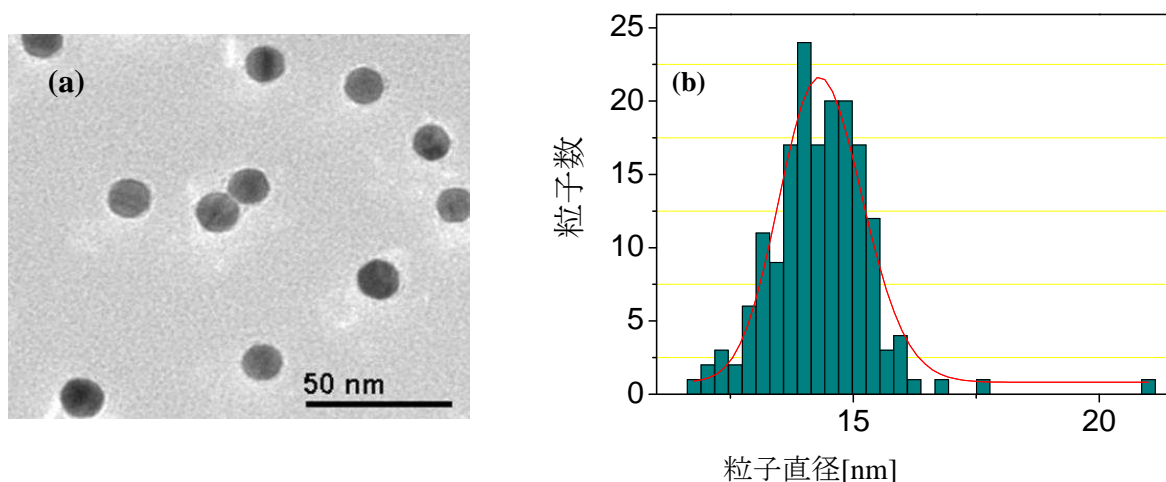


図 1. 粒径選別された 14.3nm 金ナノ粒子の(a)TEM 像、(b)粒径分布

を示している。同条件で粒径選別した金ナノ粒子をケイ素基板上に蒸着した結果、図2のような金ナノ粒子が均一に蒸着されたグラニューラー膜を約5分間の蒸着によって得ることができた。

図3にアミノシランコートされたガラス基板上に蒸着されたグラニューラー膜のUV-Vis スペクトルを示す。540 nm をピークとする非常にブロードなスペクトルが得られた。540nm 付近の吸収は 15 nm の金コロイドの UV-Vis スペクトル<sup>1)</sup>とよく対応しており、グラニューラー膜は蒸着した金ナノ粒子 (~14.3 nm) の光学特性を保持した状態で形成されていることがわかる。またピークより長波長側のブロードな成分 (600–800 nm) は、ナノ粒子凝集体に由来する表面プラズモン吸収や光散乱などの影響によるものと考えられる。

図4にX線回折の結果を示す。金ナノ粒子グラニューラー膜を金薄膜 [膜厚:(1) 0.5 nm, (2) 100 nm ] と比べると(111)面のピークは一致しているものの、(200)面については、グラニューラー膜のピークが金薄膜のものに比べて、回折角  $\theta$  が小さい値にシフトしていることが分かる。ここで膜厚の異なる金薄膜(1)と(2)のピーク位置が一致していることから、ピークのシフトは金ナノ粒子グラニューラー膜固有の構造に由来していると考えられる。シフトの原因としては、グラニューラー膜に存在する構造欠陥に由来していると考えている。

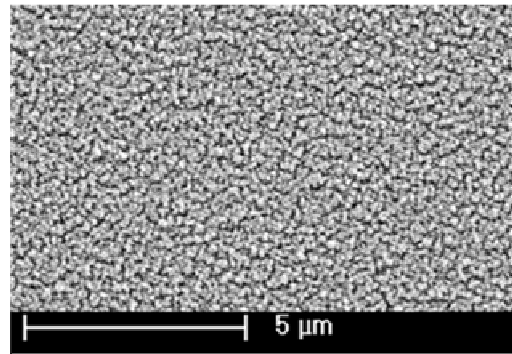


図2. 金ナノ粒子グラニューラー膜のSEM像

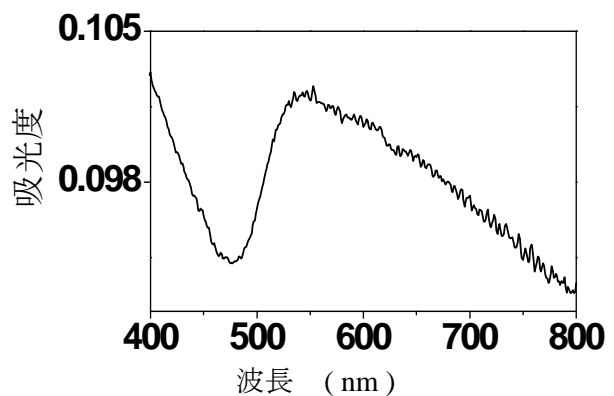


図3. 金ナノ粒子グラニューラー膜のUV-Vis スペクトル

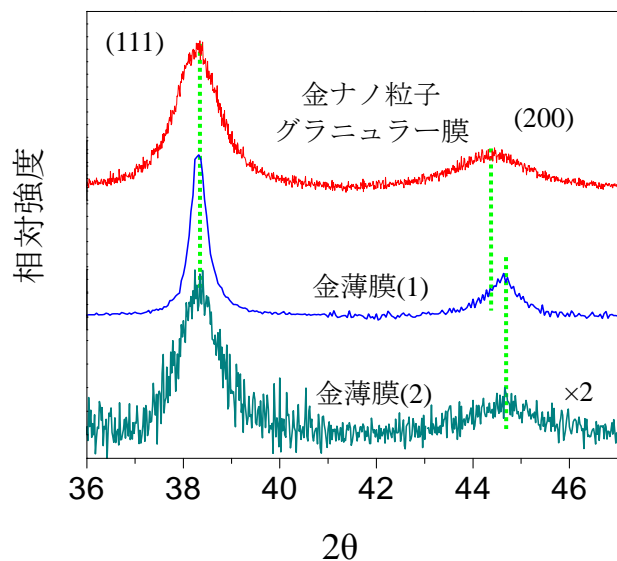


図4. 金ナノ粒子グラニューラー膜および金薄膜のX線回折

<sup>1)</sup> T. Morris et al., *Langmuir*, **18**, 7261 (2002)