

# 小角 X 線散乱法による金属ナノ粒子の形状評価

吉岡 聡

九州大学工学研究院

九州大学シンクロトロン光利用研究センター

ナノメートルスケールで形状を制御した金属ナノ粒子は、バルク金属とは異なる物性を示す場合も多く、新規合成、物性探索、応用展開など研究が盛んである。多くのナノ粒子の生成は液相からの析出であり、また実用上も液相中での利用を想定している場合が少なくない。ナノ粒子の構造・形状評価は、これまで透過電子顕微鏡 (TEM) 法が広く用いられているが、超高真空下実験のため、ナノ粒子を液相より乾燥する必要がある。ナノ粒子の生成過程などを詳細に観察するには、液中での形状評価が必要不可欠である。そこで本研究では、小角 X 線散乱 (SAXS) 法を適用し、液相中の金属ナノ粒子のサイズ・形状を評価することを目的としている。

記録媒体、フォトサーマ治療材などに期待される Au ナノロッドは、パルスレーザー照射により形状が円柱から球に変化することが報告されている。この形状変化について SAXS 法により定量的に評価した。実験は BL06 (九州大学ビームライン) で行った。

図 1 に Au ナノロッドの小角散乱プロファイルを示す。レーザー照射前後でプロファイルが異なり、形状が変化していることが確認できる。レーザー照射前の円柱長軸、短軸および照射後の直径について慣性半径等からの解析結果を表 1 に示す。また、図 2 にはレーザー照射前後の Au ナノロッドの TEM 像を示し、100 点以上の粒から算出した各平均長さも表 1 に合わせて示す。レーザー照射前の試料形状については、SAXS 法と TEM 法ではよい一致をしている。

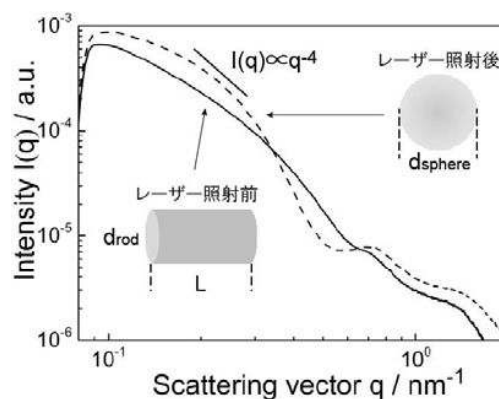


図 1. Au ナノロッドのレーザー照射前後の散乱プロファイル。

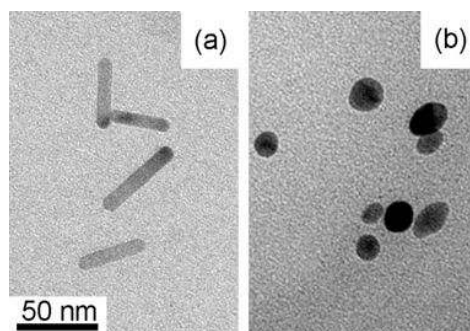


図 2. Au ナノロッドのレーザー照射前後の TEM 像。(a) 照射前 (b) 照射後。

表 1. レーザー照射前後の Au ナノロッドの SAXS, TEM からの長さ

	照射前		照射後
	長軸 L [nm]	短軸 $d_{rod}$ [nm]	直径 $d_{sphere}$ [nm]
SAXS	37	11	24
TEM	39	8	16

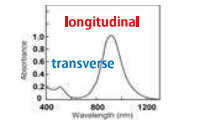
## 小角X線散乱法による 金属ナノ粒子の形状評価

吉岡 聡  
九州大学 工学研究院 エネルギー量子工学部門

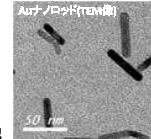
1

## 金属ナノ粒子

- ・ナノメートルサイズ特有の物性
  - ・比表面積の増大
- > Auナノロッド  
 ・ロッド短軸と長軸で吸収する光の波長領域が異なる。  
 ・パルスレーザー照射により形状が変化：フォトサーマル治療



金ナノロッドの吸収スペクトル



- > Pdナノ粒子  
 ・金属Pd  
 高い水素吸蔵能：ヒートポンプ，燃料電池  
 ・Pdナノ粒子  
 バルクとは異なる水素吸蔵特性

**粒子サイズの制御が物性および実用上重要**

2

## ナノ粒子の合成法と構造評価法

### ● 合成法

#### 液相からの析出

- ・Auナノロッド  
AuCl<sub>4</sub>水溶液の光還元法
- ・Pdナノ粒子  
Na<sub>2</sub>PdCl<sub>4</sub>水溶液の化学的還元法

**組成・反応時間で粒子形状・サイズが変化。**

### ● これまでの構造評価

#### 透過電子顕微鏡法 (TEM)

- ・高い空間分解能
- ・局所的な構造情報
- ・高真空下でのみ測定可能

**液中での構造評価および統計的に十分な量からの評価が必要**

3

## 研究目的, 試料

- 小角X線散乱法 (Small Angle X-ray Scattering, SAXS)
  - ・数 nm~100 nm程度の構造評価法
  - ・広い領域からの全体情報
  - ・液中・ガス雰囲気下で測定可能

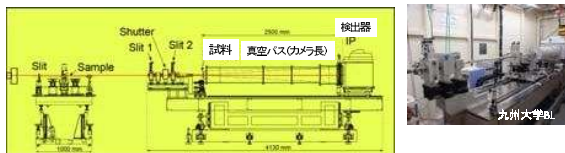
### 目的

液相中の金属ナノ粒子のサイズおよび形状を、SAXS法を用いて定量的に評価する。

### ● 測定対象

- ・レーザー照射前後のAuナノロッド (形状変化：ロッド→球)
- ・出発原料の異なるPdナノ粒子 (形状変化)

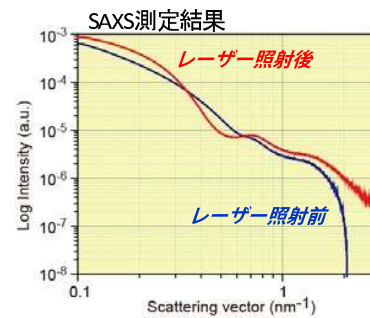
## 測定方法



	Auナノロッド	Pdナノ粒子
実験施設	SAGA-LS BL-06 (九州大学BL)	SAGA-LS BL-06 (九州大学BL)
入射線波長 [Å]	1.04	1.38
カメラ長 [m]	2.5	1.5
露光時間 [s]	1800	1800
検出器	イメージングプレート (R-Axis)	イメージングプレート (R-Axis)

5

## Auナノロッド



レーザー照射前後での明らかなプロファイル変化。

