

放射光を用いた X 線回折によるナノ粒子試料評価について

1. はじめに

当センター環境材料室では、液中プラズマ法によるナノ粒子の合成、および得られた粒子の評価に関する技術の構築に取り組んでいます。ナノ材料等で近年しばしば用いられている材料評価手法の一つとして、放射光（シンクロトロン光）を利用した分析評価法が挙げられます。

本稿では、放射光を用いた X 線回折測定・評価について、通常の実験室装置（ラボ機）では困難な、極微量生成物の検出を例としてご紹介します。

2. 粒子合成と X 線回折

研磨剤等への応用を目的とし、炭化ケイ素（SiC）ナノ粒子を液中プラズマ法にて合成しました。装置構成を図 1 に示します。液中プラズマ法については、これまで何度か紹介しましたので 1)、ここでは省略します。炭素源、ケイ素源を含む溶液について液中プラズマ処理を行い、得られた溶液の遠心分離を行った後、沈降した固形成分を溶剤で洗浄、乾燥させ、X 線回折測定を行いました。

ラボ機と放射光での測定結果を図 2 に示します。ラボ機は光源として封入式 X 線管球（Cu）を用い（波長：0.154nm）、集中法にて測定を行いました（電圧 40kV、電流 40mA、走査速度（2θ）2°/分）。図中の測定範囲において 5 回連続スキャンを行いましたが、 $q=24\text{nm}^{-1}$ 付近に変化があるのみで、明確なピークは観察されませんでした。

放射光を用いた X 線回折測定は、兵庫県の大型放射光施設「SPring-8」の BL19B2 にて行いました。X 線エネルギーは 12.39eV（波長換算：0.100nm）、透過法にて測定しました。

放射光測定では、ラボ機の結果での $q=24\text{nm}^{-1}$ 付近の不明瞭な変化が明確なピークとなって現れた他、別の 2 本のピークも確認されました。これらは全て SiC のピークと同等され、ナノ粒子の生成を確認できました。

このように、X 線回折測定において放射光を用いることで、ラボ機で検出困難であった微量成分が検出できました。また、測定に要した時間も、ラボ機では 155 分に対して放射光では 5 分と、極めて短時間で済みました。

3. おわりに

平成 25 年 3 月、「知の拠点あいち」にオープンした「あいちシンクロトロン光センター（Aichi SR）」では放射光を用いた測定・評価を行うことができます。あいち産業科学技術総合センター（本部）が備える高度計測分析機器との相互利用を図ることで、様々な分析が可能です。ご利用に関しては（公財）科学技術交流財団（電話：0561-76-8330、E-mail：aichisr@astf.or.jp）までお問い合わせください。

また、測定に用いたナノ粒子の合成法である液中プラズマ技術ほか関連技術にご関心があれば、当センターまで是非ご相談ください。

参考文献

1) 愛産研ニュース 2009 年 10 月号



図 1 液中プラズマ法装置構成

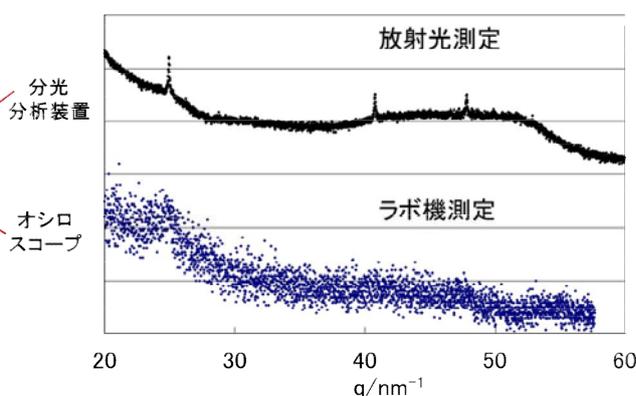


図 2 液中プラズマ法で合成した SiC 試料の X 線回折結果



産業技術センター 環境材料室 行木啓記 (0566-24-1841)
 研究テーマ：液中プラズマ法によるナノ粒子製造技術の開発
 担当分野：ナノ粒子合成・評価