

Smart-Lab を用いた溶液中に分散したナノ粒子の形状の評価

○石橋史啓^{a)}

^{a)} 長崎大学大学院総合生産科学研究科教育研究支援部

1. はじめに

長崎大学の共同利用部門に設置されている薄膜評価用試料水平型 X 線回折装置 (Smart-Lab、Rigaku 製) は主に学内における薄膜試料の評価に利用されている。しかし、Smart-Lab は X 線を用いた様々な測定が可能であり、その一つに小角 X 線散乱 (SAXS) がある。これは 2 ~ 100 nm 程度の構造を有する物質について、系全体の平均的な構造情報を得ることができる手法である。学内にはこのサイズ領域の構造を扱っている研究者が少なくなく、SAXS 測定に対する需要はあると考えられる。そこで、本報告では Smart-Lab を用いた SAXS 測定および解析を通じて実施した技術研鑽について報告する。

2. smart-lab について

長崎大学の Smart-Lab は長崎大学文教キャンパス総合研究棟 9 階に設置されている。X 線源は CuK α 線である。操作用のソフトには Smart-Lab Guidance が使われている。ソフトの指示に従いながら、ステージ、スリットの交換することでユーザーの希望する測定法を行うことができる。図 1 は各スリット及びステージを SAXS 用にセッティングした装置内部の写真である。図 2 に試料の固定した際の写真を載せている。



図 1. SAXS 測定時の Smart-Lab 内



図 2. ステージに固定したキャピラリー

3. 実験方法

今回測定セルとして外径約 1.5 mm、肉厚約 0.1 mm の自作したガラス製のキャピラリーを今回使用して測定を行った。試料はヘキサン中に分散させた金のナノワイヤを用いた。測定条件は測定範囲が 0.06° ~ 8°、ステップ幅 0.02°で行った。

4. 測定および解析結果

図 3 は得られたヘキサン中に分散した金ナノワイヤの SAXS スペクトルである。測定条件設定の際の横軸は 2 θ であるが、ここでは解析の都合上 $q / \text{\AA}^{-1}$ に変換した。このスペクトルから Porod 指数を算出すると $n \approx 1$ となり、Cross-section Guinier プロットでは幅広い範囲でほぼ一定値となった。これらの結果は試料中の散乱体には一次元的に長いロッド状構造の形成を示唆した。

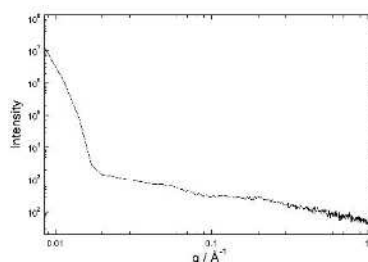


図 3. ヘキサン中に分散した金ナノワイヤの SAXS 結果

5. まとめ

SAXS の結果および解析結果より測定したナノ粒子が一次元構造を有することを示唆した。今回は自作のガラス製のキャピラリーを用いたが、セルの外径、厚さまたは種類によってバックグラウンドが変化するため、キャピラリーの種類も今後は検討したい。また、試料についても様々な形状の種類を持つ粒子で検討し、SAXS についてより技術向上していきたい。