

L115

油水二相法で合成した銀ナノ粒子の焼結性に及ぼす保護剤の影響

(山形大院理工) ○(正) 宍戸昌広*, 宮嶋直輝, (山形大工) 山林芳昭

1. 緒言

金属ナノ粒子のコロイドをインクとして、微細電子回路をインクジェットプリンティングにより形成する技術が、プリンテッドエレクトロニクスとして注目されている。この技術のキーは高性能な金属ナノコロイドおよびその大量製造プロセスの開発である。

演者らは、Brustら¹⁾によって報告された油水二相法をベースに、特別な相移動触媒を使用しない簡便な銀ナノコロイドの調製法を考案した²⁾。

本研究では、銀ナノコロイドを調製する際のアルカンチオールの炭素数を変えることで、基板上の塗布膜の焼結性がどのように影響されるのかを検討した。

2. 実験方法

用いたアルカンチオールはC₄, C₅, C₆, C₇, C₈, C₁₂の6種類である。0.06 Mの各チオールのトルエン溶液6 mLに、0.24 Mの硝酸銀水溶液1.5 mLを加えて攪拌する。チオールと銀とのモル比は1とした。この操作によって、トルエン相は白濁する。次いで分取したトルエン相に0.44 MのNaBH₄のメタノール溶液を1 mL加えて攪拌する。溶液はダークブラウンに変色する。最後にイオン交換水を添加して攪拌後、トルエン相を分取する操作を3回繰り返して過剰な還元剤などの夾雑物を除去した。

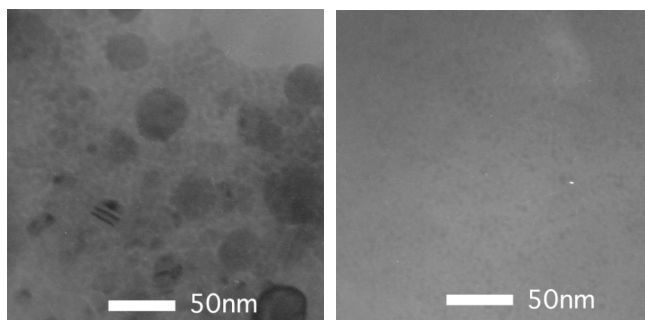
銀ナノコロイドは透過型電子顕微鏡(TEM)で粒子形状とサイズを観察した。さらに、所定温度で熱処理した後XRDスペクトルを測定し、その焼結性を評価した。

3. 実験結果および考察

1. 粒子形状に及ぼす保護剤の影響

保護剤としてブタンチオールおよびドデカンチオールを用いて得られた銀ナノ粒子のTEM像をFig. 1に示した。

図より保護剤の炭素数が多くなると粒子径が小さくなり、そのばらつきも少なくなることがわかる。原因としては、トルエン相に銀イオンが移動した際の白濁状態(エマルションになっている可能性がある)での差異、あるいは粒子の凝集性の違いなどが考えられるが、詳細は現時点では不明である。

Fig. 1 TEM images of silver nanoparticles, Left : C₄, Right : C₁₂

2. 焼結性に及ぼす保護剤の影響

オクタンチオールによる結果から、銀ナノ粒子の焼成による導電性発現温度とXRDスペクトルにおいて金属銀のピークが明確になる温度には相関性があることがわかった。そこで、XRDスペクトルのピークの高さで焼結性を評価した。一例として、150°Cと200°CでのXRDスペクトルをFig. 2に示す。

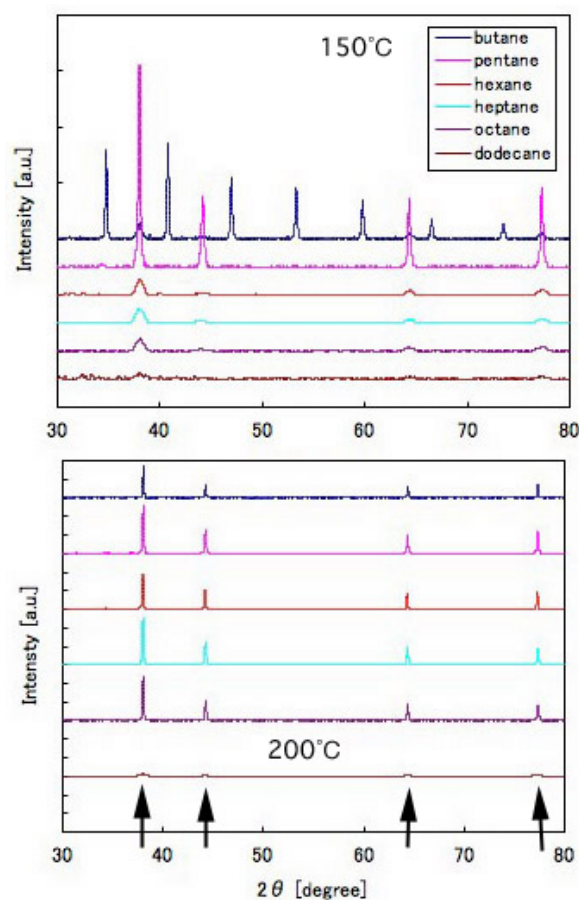


Fig. 2 XRD spectra for heat treated nanoparticles

150°Cでのブタンチオールで保護された粒子に、帰属が不明なピークが認められるが、炭素数が小さいほどより低温で焼結し、金属銀へと変化することがわかった。そして、ピークが明瞭になる温度とチオールの沸点とは相関が認められた。したがって、保護剤の炭素数を変えることで、描画後の導電性発現温度をある程度制御できることがわかった。

引用文献

- [1] Brust M. *et al.*, J. Chem. Soc. Chem. Comm. 801(1994)
 [2] 宮嶋, 宍戸, 化学工学会第40回秋季大会, B205 (2008)

*宍戸昌広

E-mail: sisido@yz.yamagata-u.ac.jp