プラズマ還元で合成した金ナノ粒子の粒径制御

Particle size control of gold nanoparticles synthesized by plasma reduction

鶴岡高専 生産システム工学専攻¹,鶴岡高専 創造工学科², ⁰乙坂謙次¹, 吉木宏之²

Tsuruoka Natl College of Tech .¹, °Kenji Otosaka¹, Hiroyuki Yoshiki¹

E-mail: yoshiki@tsuruoka-nct.ac.jp

1. はじめに

金ナノ粒子は、巨視的な固体(バルク)とは異なる性質を示す為、光電変換材料・触媒・医療診断など様々な分野で応用されている。金ナノ粒子の調製法は、塩化金酸水和物を激しく攪拌しつつ水酸化ホウ素ナトリウム等の還元剤を添加し、金イオンを還元する化学的凝集法¹⁾が主流である。一方、プラズマ還元を用いる合成法では、還元剤を必要とせずプロセス管理が容易であること、プラズマ照射位置を制御することで局所的合成が可能である等、従来にはない優位性が期待されている。これまでに、液中プラズマを用いた金ナノ粒子の合成が報告されている。²⁾ 一般に金ナノ粒子は、粒径が10 nm 以下になると触媒活性を示し、粒径が小さくなればなるほど触媒活性が高まることが知られている。³⁾しかし、粒径が2 nm 以下になると触媒活性が低下する報告もされている。⁴⁾本研究では、大気圧マイクロプラズマを微量の塩化金酸(HAuCl₄)水溶液に照射して、金ナノ粒子の粒径を2~10 nm に制御する方法を調べた。

2. 実験装置および結果

本研究で用いた実験装置の概略図をFig.1に示す。 外径 0.90 mm、長さ 2 cm の SUS 細管注射針を電極とし て、He ガスを導入すると同時に、注射針電極に整合回 路を介して高周波電力(13.56 MHz)を印加して大気圧 He マイクロプラズマ流を生成する。He ガス流量を550 sccm、 投入電力を2Wとする。塩化金酸のモル濃度は0.80 mM/L とし、保護剤として 10 mg/ml のゼラチンを添加する。 96 穴マイクロウェルにHAuCl₄溶液を170 µL滴下して、 大気圧 He マイクロプラズマを照射する。紫外可視分光 光度計(島津 UV mini-1240)による吸光度スペクトル 測定、透過型電子顕微鏡(TEM、JEOL JEM-2100)による粒 子形状・粒径分布測定を行う。吸光度スペクトルは表面 プラズモン共鳴による 540 nm 付近のピークを有し、粒 径 50 nm 以下の金ナノ粒子の合成が確認された。Fig.2 に金ナノ粒子の粒径分布を示す。プラズマ照射時間の増 加に伴い、粒径が大きな粒子が増加すると共に6.5[nm]、 8.5[nm]にピークを有する分布となった。これは、プラ ズマ照射時間を長くすることで、塩化金酸水溶液への電 子の供給量が増加するためであると考えられる。HAuCl4 溶液の容積を微量(170 μL)として、プラズマ照射時間 を短くすることで 2~10 nm の粒径を有する金ナノ粒子 の合成に成功した。







Fig.2 Particle size distribution of gold nano particle

3. おわりに

HAuCl₄へのプラズマ照射時間を短くすることで、平均粒径 6.55[nm]の金ナノ粒子の合成に成功 した。本研究は、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(C)(No.17K05101)の補助を受けて実 施された。

1) G.B.Birrel,K.K. Hedberg and O.H. Griffith, J.Histochem.Cytochem., 35,843(1987).

2) 高井 治: ソルーションプラズマによるナノ粒子合成と界面制御, 粉砕 No. 51(2008).

3) M.Haruta, Chem. Record, 3, 75 (2003).

4)春田正毅 他:金ナノ粒子の触媒作用,表面化学, Vol.26, No.10, pp578-584(2005).