



## ナノ粒子含有薄膜の斜入射小角散乱測定（実地研修）

杉山 信之<sup>1</sup>，高松 正幸<sup>2</sup>，岸下 淳子<sup>2</sup>

1 あいち産業科学技術総合センター，2 NanoZone Japan 株式会社

キーワード：酸化チタン，ナノ粒子，斜入射小角 X 線散乱

### 1. 背景と研究目的

超微細酸化チタン粒子水アルコール分散液は、素材を問わず様々な表面に対し、スプレーガンによって施工することで、バインダーの添加を必要とせずに結合する特性を持っている。その結合は分子間結合の力が主な要因であると推察されるが、実際の結合状態は不明なままであった。そこで今回の実験では、素材表面と酸化チタンがバインダーを介さずに直接結合している状態を小角散乱を用いてナノメートルレベルで測定観測することで、その結合の要因を解析することを目的とする。

### 2. 実験内容

Si ウェハに TiO<sub>2</sub> ナノ粒子噴霧の施工処理の回数を変えた試料を用意し、それぞれの試料について GISAXS と透過 SAXS を測定した。測定は BL8S3 で行い、エネルギー13.5 keV、カメラ長約 4 m、検出器 PILATUS 2M、露光時間 120 秒の条件で測定した。また、GISAXS は半割調整後、入射角を 0.2 deg とした。得られた散乱像から、透過 SAXS については全周の円環平均でプロファイルを計算し、GISAXS については横軸を試料平面方向として、その軸上の強度をプロファイルとした。

### 3. 結果および考察

得られた透過 SAXS プロファイルを Fig.1 に、GISAXS プロファイルを Fig.2 に示す。いずれの結果も、噴霧施工処理回数が上昇するにつれて散乱強度が増加しており、膜に付着している散乱体の体積が増えていく様子が観察できた。Fig.1 では、散乱強度が両対数グラフで直線的に減少しており、100 nm よりも大きな構造が存在していることが示唆された。同様に Fig.2 でも 0.1 nm<sup>-1</sup> 付近は直線的に減少する様子が見られるため、TiO<sub>2</sub> ナノ粒子が凝集していることが示唆された。一方、Fig.2 の 1 nm<sup>-1</sup> 付近には緩やかな曲線部分も見られ、ナノ粒子単体のサイズを反映しているものと考えられた。ナノ粒子が球状であると仮定してフィッティングを行った結果、ナノ粒子の直径は 3.5 nm 程度であることが判明した。

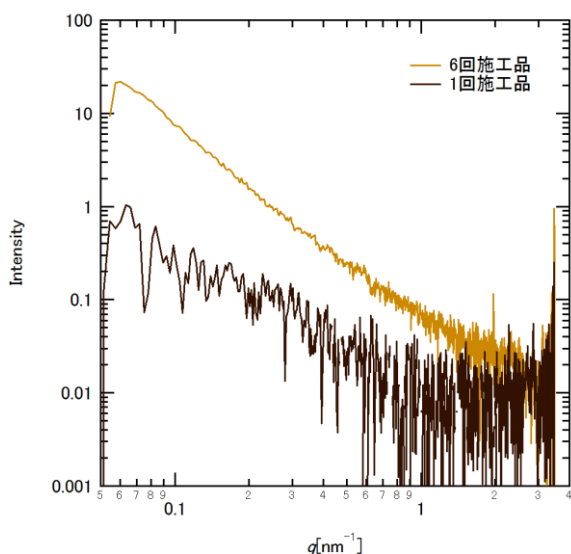


Fig.1 透過 SAXS プロファイル

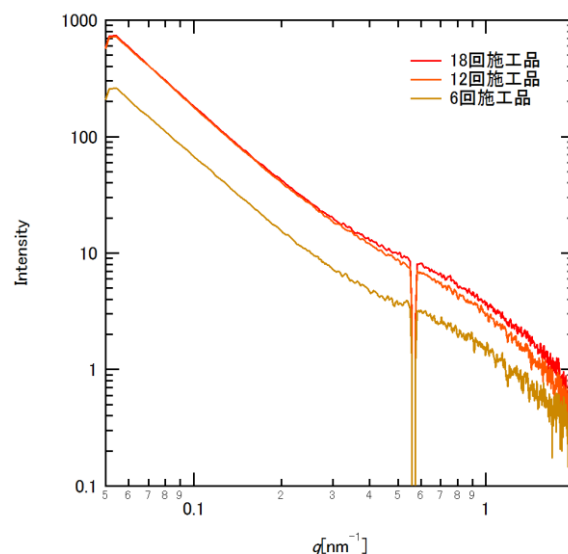


Fig.2 GISAXS プロファイル