

課題番号 : 2016A-E09
 利用課題名 (日本語) : ナノ・マイクロ複合銅粒子の XAFS 測定
 Program Title (English) : XAFS measurement of micro-nano copper-carbon hybrid powder.
 利用者名 (日本語) : 大西重克 1), 吉谷博司 1), 名越恵子 1), 石居正裕 1), 矢原和幸 1),
 Username (English) : S. Ohnishi1), H. Yoshitani1), K. Nagoshi1), M. Ishii1) K. Yahara1)
 所属名 (日本語) : 1) 積水化学工業 (株) 高機能プラスチックカンパニー
 Affiliation (English) : 1) SEKISUI CHEMICAL Co.,TLD. High Performance Plastics Company
 キーワード : 銅ペースト、導電性ペースト、Co ナノ粒子、銅粉、銅粒子、炭素繊維、CNT、CNF

1. 概要 (Summary)

積水化学では、銅コバルト合金粉中に析出したコバルト触媒から熱 CVD 法によりナノ炭素繊維 (CNF : Carbon Nano Fiber) を生成させた複合銅粉を使用し、空气中硬化 (酸化雰囲気) でも高い導電性を示す導電性ペーストを作製した。炭素繊維は CuCo 銅合金粉を熱処理し表面に析出した Co 触媒に炭素源を接触させる事により生成している。図 1 に銅合金粉上にナノ炭素繊維を生成させた複合銅粒子の TEM(FIB)像を示す。

この複合銅粉の耐酸化性のメカニズムは未だ明らかになっていないが、複合銅粉で作製した銅ペーストにおいて銀ペーストと同等の $1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ レベルの抵抗値と高温高湿耐久性の向上を確認している。

複合銅粉の粒子間の導電のメカニズムとしてはペースト混練中にナノ炭素繊維が折れて短くなった状態にて複合銅粉間で電気接触、又は粉の表面コバルトナノ粒子に炭素が溶け込んだ状態にて複合銅粉間で接触している可能性を推測している。そこで SPRING-8 にて K 吸収端 XAFS を測定し Co 周りの情報を得てメカニズム解明の参考にする。

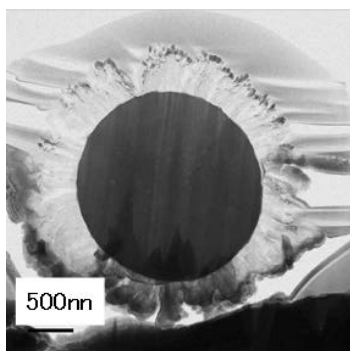


図 1、複合銅粒子の TEM 像 (FIB)

2. 実験 (目的,方法) (Experimental)

放射光科学研究施設 SPRING-8 BL14B1

ペレット化した複合銅粉、及びそのペースト塗膜にて透過法 XAFS により Co および Cu の K 吸収端 XAFS を大気雰囲気中で測定

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

(1) 図 2 に Co の K 吸収端 XAFS のスペクトルを示す、複合銅粉 RY77-2 は 7720 から 7730eV が二山になっている (Co 薄板は一山) ことから Co 粒子は FCC の状態で CuCo 合金粉中に存在していることがわかる。

(2) また Co の動径分布は、Co の標準資料では (2.52 Å) であるのに対し、熱 CVD 処理後に最大 (2.58 Å) になり、その後の高温熱処理で縮小した (2.55 Å)。このことから、Co ナノ粒子の動径分布は熱 CVD による炭素の進

入と Cu マトリックスと Co の格子定数を整合させる為に大きくなり、さらに熱処理を行った結果 Co ナノ粒子が成長して Cu マトリックスの影響が少なくなり動径分布が小さくなったことが推測される。また、熱処理後の銅粉の XPS の結果から銅粉表面の Co 濃度が高くなっていることは確認でき、さらに、SEM、TEM の観察から炭素繊維の繊維径が 20nm 前後であることが確認できている。

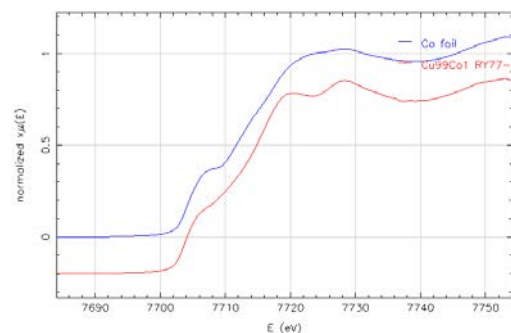


図 2、複合銅粒子中の Co の K 吸収端 XAFS

(3) まとめ : これらの結果から複合銅粉中で Co は FCC の状態で 20nm 程度のサイズで銅粉表面高濃度に存在し、それを触媒にして CNF が生成されていると推測される。この測定結果は上述の導電のメカニズム案を裏付ける結果となった。

4. その他・特記事項 (Others)

JAEA の松村大樹博士のご指導に感謝いたします。