

## 研究論文

## Ni-Co 合金ナノ粒子を含むポリイミド樹脂膜の液相還元法による合成

†藤岡大毅\*, 金子光佑\*, 山本悠策\*, 片山真祥\*\*, 稲田康宏\*, 小島一男\*, 花崎知則\*

## Synthesis of polyimide resin films containing Ni-Co alloy nanoparticles by liquid phase reduction method

by

† Daiki FUJIOKA\*, Kosuke KANEKO\*, Yusaku YAMAMOTO\*, Misaki KATAYAMA\*\*, Yasuhiro INADA\*, Kazuo KOJIMA\* and Tomonori HANASAKI\*

(Received Apr. 30, 2020; Accepted May 21, 2020)

## Abstract

The controllable incorporation of nanoparticles into polymers has the scientific and technological potential, and composite polymers containing nanoparticles have been extensively studied. However, most of them were synthesized with single metal nanoparticles. There are very few reports on synthesized composite polymers containing alloy nanoparticles. In this study, we focused on polyimide composites due to its facile synthetic method. Ni-Co binary alloy nanoparticle-containing polyimide composite films were prepared by liquid-phase reduction of Ni<sup>2+</sup> and Co<sup>2+</sup> ions with potassium borohydride (KBH<sub>4</sub>). The size of the nanoparticles obtained were found to be about 6-20 nm in diameter by TEM observation. Electron diffraction and chemical state analysis by XAFS revealed that the nanoparticles were amorphous metal alloys. The atomic ratio of Ni and Co in the alloy nanoparticles reflected the concentration of doped Ni<sup>2+</sup> and Co<sup>2+</sup> ions. The number of the nanoparticles increased upon the repeated adsorption/reduction cycles of both ions.

**Keywords:** Polyimide, Composite, Alloy, Nanoparticle

## 1. 緒言

ナノ粒子を含むポリマーナノコンポジット材料は、電子デバイス<sup>1)-3)</sup>、光学デバイス<sup>4)-7)</sup>、磁気デバイス<sup>8)-10)</sup>、およびガス分離膜<sup>11),12)</sup>などへの応用が期待され、注目を集めている。ナノコンポジット材料において、その特性に影響を及ぼす、ナノ粒子のサイズと粒子間距離、ナノ粒子合金

の組成、結晶相などを正確に制御することは重要である。ナノ粒子の基礎的な物性を理解することで、優れた特性を持つナノコンポジット材料を生み出すことができる。一般にナノコンポジット材料の合成は、ナノ粒子とポリマーを溶媒中で混合し乾燥させる方法<sup>13)-15)</sup>やスパッタリング及び真空蒸着などを利用してナノ粒子をポリマーに導入する方法<sup>5)</sup>が知られている。しかし大規模な装置や高いエネルギーを必要とし、ナノ粒子のサイズや分散性といった構造制御は限定的である。そこで、簡便に金属イオンが導入できるポリイミド樹脂(構造式を図1に示す)を用いて、ナノ構造制御が可能なコンポジットを作製する研究が行われている<sup>16),17)</sup>。ポリイミド樹脂内に金属ナノ粒子を形成する方法は、縄舟-赤松らによって提案されており、ポリイミド樹脂をアルカリ溶液に浸漬してカチオン交換基(カルボキシレートアニオン)を生成させ、金属イオンで置換された前駆体

令和2年4月30日受付

\* 立命館大学生命科学部応用化学科  
〒525-8577 滋賀県草津市野路東 1-1-1  
Department of Applied Chemistry, College of Life Sciences,  
Ritsumeikan University, 1-1-1 Noji-Higashi, Kusatsu-City,  
Shiga 525-8577, Japan

\*\* 立命館大学総合科学技術研究機構 立命館大学 SR センター  
〒525-8577 滋賀県草津市野路東 1-1-1  
SR Center, Ritsumeikan University, 1-1-1 Noji-Higashi,  
Kusatsu-City, Shiga 525-8577, Japan

†:連絡先/Corresponding author