

K119

超臨界流体中におけるナノ粒子の分散挙動の観察

(東北大 WPI 材料機構) ○(正)南 公隆*・(東北大多元研)・(正)有田 稔彦

(東北大 WPI 材料機構) (正)北條 大介・(東北大多元研) (正)高見 誠一

(東北大 WPI 材料機構) (正)阿尻 雅文

【緒言】有機物質で表面を修飾した無機ナノ微粒子は、有機溶媒やポリマーに容易に分散することができるほか、様々な特性を持つことから、新規な有機-無機ハイブリッド材料への応用が期待できる。これまで当研究室では、超臨界水を溶媒とすることで、有機-無機ハイブリッドナノ微粒子の合成を行ってきた。結果、金属酸化物ナノ粒子に有機酸を修飾し、THF やシクロヘキサンなどの有機溶媒に凝集することなく分散させることに成功した。¹⁾このような粒子を合成から抽出・分離、洗浄・回収と、一連の密閉した装置内で行う技術を確立することは、非常に重要である。超臨界流体を粒子の分散溶媒とすることで、これら一連の操作を温度・圧力の制御により可能となると考える。

そこで本研究では、ハイブリッドナノ粒子の抽出・分離および洗浄・回収することを目的に、本ナノ粒子の超臨界流体への分散挙動の観察を試みた。

【実験】実験には、これまで行ってきた流通式連続合成により合成した有機修飾金属酸化物ナノ粒子²⁾を使用した。4面にサファイア窓を有する高温・高圧セル中に二酸化炭素を導入し、所定の温度・圧力にした後、本粒子を導入した。導入後、レーザー光を照射させその散乱光を観察することにより、粒子の分散を確認した。

【結果と考察】まず、本実験で合成したナノ粒子の透過型電子顕微鏡(TEM)像を図1に示す。図に示すように得られた粒子はほとんどが凝集しない粒子であった。このような粒子が分散した場合、分散液は透明であるがレーザー光を照射するとチンダル現象によりレーザー光の軌跡が観測できる。本粒子を超臨界二酸化炭素に分散した結果を図2に示す。図中 a)は、39°C、7.8 MPaの超臨界二酸化炭素に何も添加せず、レーザー光(緑色)を照射した場合の写真である。攪拌子にレーザー光があたり緑色に反射されているものの、レーザー光の軌跡は確認できなかった。一方図中 b)に示すように、39°C、7.8 MPaの条件下で、本粒子を添加した場合は、窓の奥側に書かれた文字が読めるほど透明であるにもかかわらず、レーザー光を照射したとき、緑色のレーザー光の軌跡が観測できた。これは、本粒子がこの条件では凝集せず分散していることを意味する。その後さらに二酸化炭素を導入し圧力を9 MPaに昇圧した結果を図中 c)に示す。9 MPaと高圧にした場合、レーザ

ー光の軌跡が消失した。これは、本粒子がこの条件では分散せず窓や壁面に吸着したためと考える。

以上の結果から、本粒子は超臨界二酸化炭素のある条件では分散し、ある条件では分散しない可能性があることを確認した。今後、より広範な条件で高濃度の粒子を用いて行い、曇点などの確認を行う予定である。

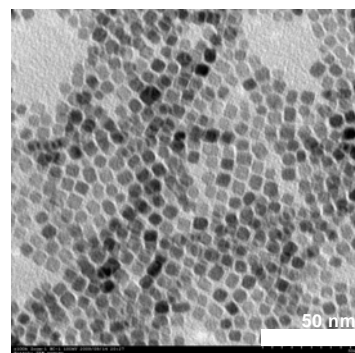


図1. 流通式反応装置により合成した粒子のTEM像(合成条件: 400°C 30 MPa、修飾剤: オクタン酸、粒子: 酸化コバルト)

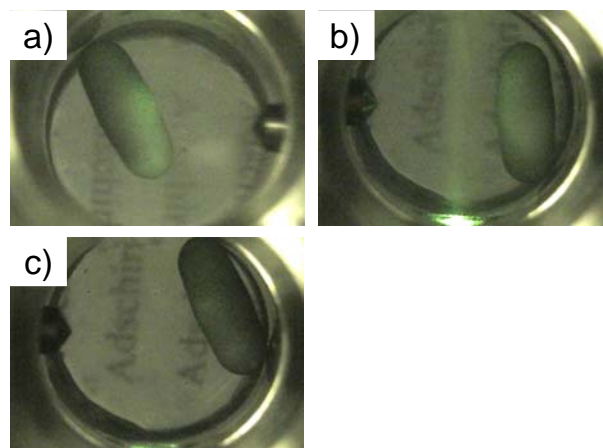


図2. 超臨界流体中における有機-無機ハイブリッドナノ粒子の分散挙動の直接観察結果

- a) 39°C, 7.8 MPa 超臨界二酸化炭素のみ
- b) 39°C, 7.8 MPa 超臨界二酸化炭素および本粒子
- c) 39°C, 9 MPa 超臨界二酸化炭素および本粒子

【参考文献】1) J. Zhang, S. Ohara, M. Umetsu, T. Naka, Y. Hatakeyama, T. Adschiri, *Adv. Mater.*, 2007, **19**, 203–206

2) 南ら, 化学工学会第41回秋季大会要旨集

* Tel/Fax: 022-217-5631 E-mail: nankim@tagen.tohoku.ac.jp