

L114

銀ナノ粒子マイクロ波連続合成プロセスの開発

(産総研) ○西岡 将輝*, 葛西 真琴, 野口 多紀郎, 宮川 正人, 鈴木 敏重,
(新光化学工業所) 片岡 春樹, 甲田 秀和

1. はじめに

湿式法によるナノ粒子合成では、均一な核生成および核成長を制御するため反応容器内の温度勾配を無くすことが重要である。マイクロ波加熱は溶液そのものが発熱するため、反応器内の温度勾配を少なくでき、粒径分布の揃ったナノ粒子合成が可能である¹⁾。しかしながら、従来のマイクロ波合成はバッチ式のものも多く、工業生産に適したフロー型の開発が望まれていた。筆者らはこれまでに、円筒型共振空洞を用いた電界集中型マイクロ波反応装置を開発してきた²⁾。本研究ではこの技術を用い、ナノ粒子の連続合成装置の開発を行った。

2. 実験装置

開発したナノ粒子連続合成装置の概略を Fig.1 に示す。円筒の内径をマイクロ波の波長を基準に設計すると、円筒中心軸に電界が集中する定存波を形成することができる²⁾。この部分に内径 1mm の PTFE チューブを配置し、内部に反応溶液を流通させた。反応管の温度は反応管出口に配置した直径 0.25mm の K 型熱電対により計測し、この部分の温度が一定になるよう制御した。また、溶液温度変化により最適なマイクロ波周波数が変わるため、マイコンを組込んだ制御装置(IDX 製 MGA 01ATHA)を用いて、マイクロ波周波数・電力の制御を行った²⁾。

本研究ではナノ粒子合成のモデルとして銀ナノ粒子のポリオール合成を取り上げた。反応溶液としてエチレングリコール溶媒に溶かした硝酸銀(10mM)、ポリビニルピロリドン (分子量 10,000, 300mM) を用いた。反応溶液はシリンジポンプにより 5~400 ml/hr で送液をおこない、最大 8 時間の連続合成を行った。30 分ごとに反応後溶液を回収し、動的光散乱(DLS, Malvern 製 Zetasizer Nano-S)および UV-VIS 吸光度計(日立製 U-3310)、TEM(FEI 製 TECNAI G²)により分析を行った。

3. 実験結果

反応溶液を 10ml/hr で送液し反応器出口における溶液温度が 160°Cになるよう制御し銀ナノ粒子の合成を試みた。Fig. 2 はそのときの反応管出口温度とマイクロ波照射電力の時間変化を示す。3W と小さい電力にもかかわらず目的の温度を 5 時間にわたって高精度に維持できていることがわかる。このときに合成された銀ナノ粒子の粒度分布を DLS で測定した結果を Fig. 3 に示す。合成初期から 270 分間にわたって、平均粒径 15nm の銀ナノ粒子が安定に合成できていることがわかる。このときの滞留時間は 28 秒であった。

4. まとめ

電界集中型のマイクロ波照射技術を用いることで、長時間にわたって安定した銀ナノ粒子の合成を行うことができた。

【謝辞】

本研究は平成 20 年度中小企業等製品性能評価事業の支援を受け実施いたしました。また使用した電界集中型のマイクロ波照射技術は平成 19 年度産業技術研究開発事業 (中小企業支援型) の助成を受け(株)IDX との共同に開発したものです。

【参考文献】

- 1) Y. Wada et. al., Chemical Lett., 28, pp. 608 (1999)
- 2) 西岡他, 第 40 回化学工学会秋季大会講演論文集 pp.756 (2008)

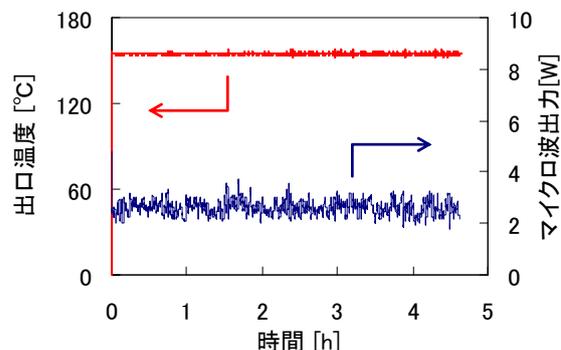


Fig. 1 Time profile of outlet temperature and microwave power

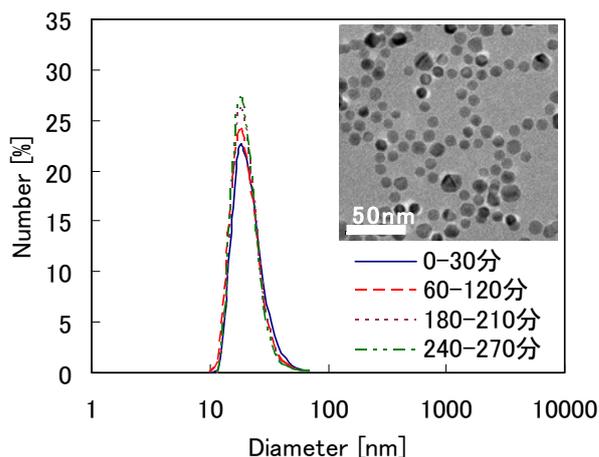


Fig. 2 Size distribution of the synthesized Ag nano-particle by DLS

m-nishioka@aist.go.jp