

## K19

## 逆ミセル系を用いた金属ナノ粒子の調製

(奈良工業高専・専攻科)○(学)片岡万莉絵, (正)直江一光\*, (正)河越幹男  
(U. Pierre & Marie Curie)(他) Marie-Paule Pileni

## 1. 緒言

有機相において界面活性剤などに用いられている両親媒性分子が、臨界ミセル濃度以上存在した場合に自発的に形成される分子集合体を逆ミセルと呼んでいる。また、逆ミセルは親水基末端をミセル内部に、疎水性の炭化水素鎖を有機相本体に向けた形状をとる。このため、その内側に水を取り込んでナノメートルスケールの微水相を形成して、油水界面を著しく高めるとともに親水性物質に対する優れた可溶化能を有する<sup>1)</sup>。一方、ナノ粒子、無機ナノ粒子は、そのサイズ・形状・結晶性により、電気的、光学的、磁性等の特性が変化することから、化学、物理学などの分野で注目されており、電子記憶媒体材料等としての応用が期待されている<sup>2)</sup>。今後、金属ナノ粒子の需要はますます大きくなることから、金属ナノ粒子を安く、大量に作るプロセスの確立が必要である。

そこで、本研究では逆ミセル微水相を反応場として利用した金属ナノ粒子の生成挙動について調べ、本系における反応操作条件について知見を得ることを目的とする。また、本研究では、モデル金属としてパラジウム (Pd) に着目する。Pd は Heck 反応などの重要な有機合成触媒や環境浄化触媒、また水素燃料電池の水素貯蔵媒体としても期待され、より高い反応効率、水素吸脱速度を有するために、Pd ナノ粒子のナノ粒子化が求められている。

## 2. 実験方法

両親媒性分子として、bis(2-ethylhexyl)sulfosuccinate sodium (AOT)、有機溶媒として isooctane、還元剤として sodium borohydride、Pd 塩として PdCl<sub>2</sub> を用いた。AOT/isooctane 溶液に所定量の sodium borohydride 溶液と PdCl<sub>2</sub> 溶液を添加することにより、各成分を含む逆ミセル溶液をそれぞれ調製し、これらの溶液を混合することにより反応させ、静置した。安定化剤を添加し、1 時間静置後、エバポレーターにより有機溶媒を除去した。得られた固形物に、エタノールを加えて超音波をかけたのち、遠心分離 (3000rpm、10 分間) を行った。この操作を数回繰り返した後、減圧乾燥を行い、粒子を回収した。回収物に蒸留水を加えて、遠心分離した後、上澄み液を親水化したグリッドに滴下し、透過型電子顕微鏡 (TEM) により、調製したナノ粒子を観察した。

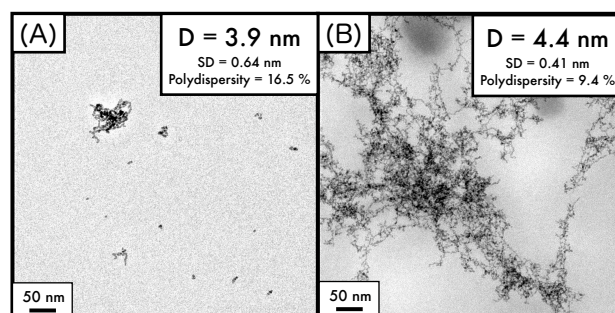


Fig. 1 TEM images of Pd nanoparticles made in reverse micelle phase at (A) 5 min and (B) 45 min after reaction starts ( $W_0 = 20$ ).

## 3. 結果

AOT 逆ミセル内で Pd<sup>2+</sup>の還元反応を行い、反応後のナノ粒子の様子を観察した。Fig. 1 に還元反応時間を 5 分、45 分と変化させた場合の逆ミセル有機相内で形成された Pd ナノ粒子の TEM 写真を示す。反応時間 5 分では、平均粒径 3.9 nm、polydispersity 16.5 %の球状 Pd 粒子が観察され、また、その球状粒子の小さな集合体も観察された。反応時間を増やして 45 分とすると、明確な worm-like Pd 粒子による巨大な凝集体が形成されていることが明らかとなった。その短軸平均径は 4.4 nm、polydispersity は 9.4 %であった。このように還元反応開始直後 (5 分) において多数の球状粒子が形成されていたこと、還元反応時間 5 分における球状ナノ粒子の粒子サイズ (3.9 nm) と 45 分における worm-like ナノ粒子の短軸径 (4.4 nm) がかなり近いことから、worm-like Pd ナノ粒子は球状粒子が反応時間と共に一次元方向に合一して形成されたものであると考えられる。

## 引用文献

- 1) Naoe, K., Takeuchi, C., Kawagoe, M., Nagayama, K., and Imai, M., *J. Chromatography B*, **850**, 277-284 (2007)
- 2) Schmid, G., *Nanoparticles: From Theory to Applications*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. (New York) (2004)

\*Tel.: 0743-55-6163, Fax.: 0743-55-6169  
E-mail: naoe@chem.nara-k.ac.jp