



# 有機修飾金属酸化物ナノ粒子の溶液中での分散・凝集挙動追跡

横 哲, 二宮 翔, 西堀 麻衣子  
東北大学

キーワード：small angle X-ray scattering, surface-modified nano-particles, aggregation

## 1. 背景と研究目的

金属酸化物表面を有機分子で修飾することにより、金属酸化物ナノ粒子を溶媒中に高濃度に分散させた新たなナノフルイドの作製が実現している<sup>[1]</sup>。ナノフルイド中の分散・凝集挙動は、流動性や熱伝達率などに影響するため、工業プロセスにおいて非常に重要な因子である。ナノフルイドの特性理解のためには、静電力あるいは立体障害に基づく粒子間反発相互作用や有機修飾ナノ粒子と溶媒との親和性が、流体中の粒子運動や凝集構造にどのように作用するかを基礎的メカニズムを解明することが必要となる。そこで本研究では、有機修飾金属酸化物ナノ粒子の溶液中での分散・凝集挙動を明らかにすることを目的として、溶媒との混合中に形成される二次構造の形成過程をその場 X 線小角散乱（SAXS）測定により検討した。

## 2. 実験内容

有機修飾ナノ粒子分散液は超臨界有機修飾法により作製した。透過電子顕微鏡観察および X 線回折測定から、粒径は約 6 nm 程度であることを確認している。SAXS 測定は BL8S3 で実施した。カメラ長は 4 m、入射 X 線エネルギーは 13.5 keV とし、検出器には PILATUS 100K を用いた。ヘキサンに分散した有機修飾ナノ粒子と貧溶媒のアセトンを混合（流量 30 ml/min）し、自作のその場 SAXS 測定用フローセル（Fig. 1）に流通させた。混合時間による変化は、測定用フローセルを 10 mm ずつ移動させながら SAXS プロファイルを測定（1 測定あたりの露光時間 100 s）することで観察した。



Fig. 1 SAXS 測定用フローセル

## 3. 結果および考察

CeO<sub>2</sub> を 1 wt.% 含む 10 vol.% アセトン／ヘキサン混合溶液を流通させて SAXS プロファイル変化を観察したところ、上流（混合時間が短い）から下流（混合時間が長い）に移動するにつれて  $Q=0.5 \text{ nm}^{-1}$  付近の散乱ピークが増大した（Fig. 2）。このことは、ある大きさの散乱体が形成・成長していることを示しており、本手法によってナノ粒子凝集過程のその場追跡できることがわかった。また、アセトン／ヘキサン溶媒比を変化させると、凝集体の大きさが変化することを確認した。今後詳細な解析を実施することで凝集体のサイズや分散度を評価し、動的な凝集挙動の理解につなげる。

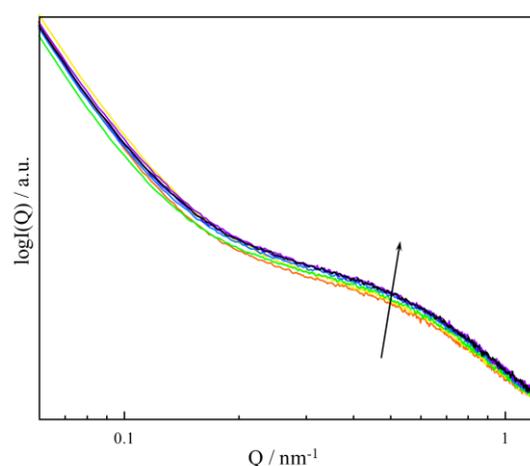


Fig. 2 CeO<sub>2</sub> ナノ粒子凝集過程のその場 SAXS プロファイル

## 4. 参考文献

[1] M.Z. Hossain, et al., *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.*, **583** (2019) 123876.