



その場小角 X 線散乱による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

西堀 麻衣子, 二宮 翔, 工藤 康大, 横 哲
東北大学

キーワード：Small angle X-ray scattering, Surface-modified nano-particles, dispersion

1. 背景と研究目的

金属酸化物表面に有機分子を修飾することで、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[1]。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ことから、工業プロセスを考えるうえで重要な因子となる。ナノフルイドの特性を理解するためには、静電力あるいは立体障害に基づく粒子間相互作用や、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理解する必要がある。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、その場 X 線小角散乱（SAXS）により溶媒との混合中に形成される二次構造の形成過程を追跡した。

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。TEM 観察および XRD 測定から、粒径は約 6 nm であることを確認した。流通式装置を用いてヘキサン中に分散させた有機修飾ナノ粒子分散液とアセトン／ヘキサン混合液を流通し、混合液に対するその場 SAXS 測定を行った。なお、自作した測定用フローセル（Fig.1）を用いて、流路上流から下流にかけて X 線照射位置を 10 mm ずつ移動させることで、時間変化を追跡した。SAXS 測定は、カメラ長 4 m、入射 X 線エネルギー 13.5 keV の条件で行い、露光時間 300 s で SAXS 像を収集した。

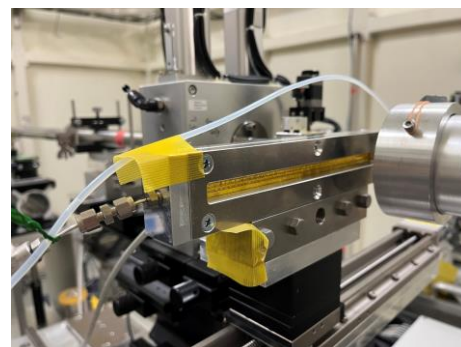


Fig. 1 SAXS 測定用フローセル

3. 結果および考察

CeO₂ を 1% 含むアセトン／ヘキサン混合溶液に対し、アセトン濃度を変えながら SAXS プロファイルを観察したところ、アセトン濃度が 55 vol.% 以上において $Q = 0.9\sim 1.0 \text{ nm}^{-1}$ にピークが出現した。この散乱ピークはほぼ CeO₂ 粒子の直径に対応することから、この濃度以上で粒子同士が密に接触した凝集体を形成することがわかった。さらに、アセトン濃度を 55 vol.% とした混合溶液を対象として、フローセルの測定位置（流通時間に対応）による SAXS プロファイルの変化を追跡したところ、流通時間にもない $Q = 0.9\sim 1.0 \text{ nm}^{-1}$ 付近の散乱ピークに顕著な変化が生じることがわかった（Fig. 2）。今後、凝集体のサイズや分散度を詳細に解析し、動的な凝集挙動の理解につなげる。

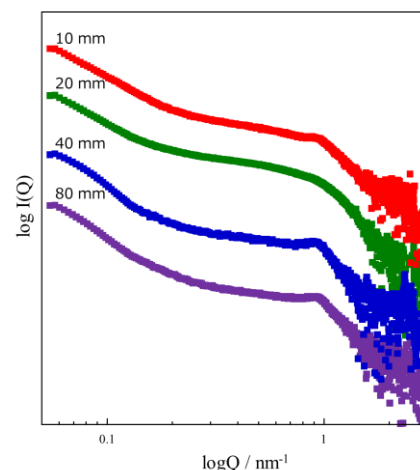


Fig. 2 55 vol.% アセトン／ヘキサン溶液中に分散した CeO₂ ナノ粒子に対する SAXS プロファイルの変化

4. 参考文献

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