

概要

粒子の少なくとも一辺の長さが1~100ナノメートル（100万分の1~1万分の1ミリ）の範囲にある粒子を、一般に「ナノ粒子」と呼びます。そして個数基準での「ナノ粒子」の割合が50%を超えるものを「ナノマテリアル」とEC（欧州委員会）では定義しています。「ナノマテリアル」の定義は国や団体によって様々で、天然物は定義に含めず人間が合成した人工物だけを対象とする場合もあります。最近では人体への侵襲が問題視されて規制も始まっていますが、そのサイズゆえに計測が困難な「ナノマテリアル」をどのように評価すれば良いのか現在も国際的に検討が続けられているところです。

本講演は一つの事例として、「ナノマテリアル」であるジルコニア（ZrO₂）の「シングルナノ粒子」（粒子サイズが10ナノメートルを下回るもの）の水分散溶液を対象に、いくつかの評価方法を組み合わせた物理化学的なキャラクタリゼーションの手法をご紹介します。個別の評価だけでは見えてこない材料の姿を詳細に抽出します。微粒子サイズに固有の方法もあればバルク材と共通する手法もありますので、お客様の材料評価のご参考にしていただければと存じます。

試料

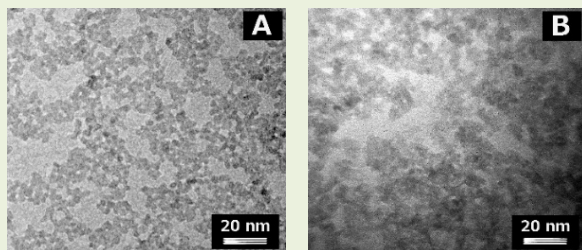


写真 水分散ジルコニア AとBのTEM像

評価手法

1. 粒径分布：動的光散乱法（DLS）
2. 表面特性：ゼータ電位測定
3. 構造解析：X線回折（XRD）、ラマン分光
4. 光学特性：紫外・可視分光（UV-Vis）
5. 形態観察：電子顕微鏡

結果

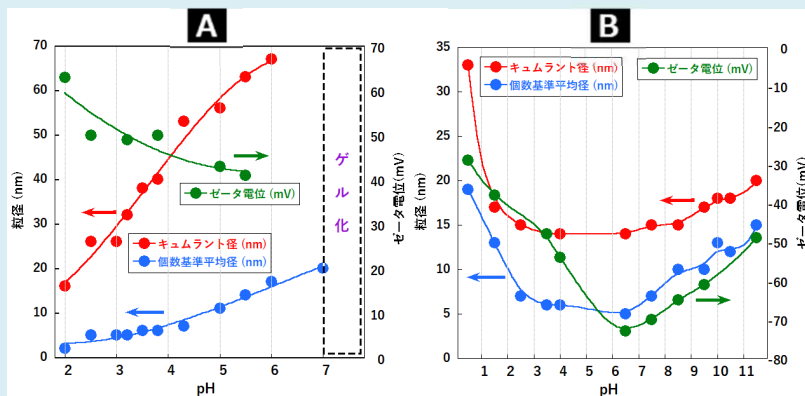


図 粒径およびゼータ電位のpH変化

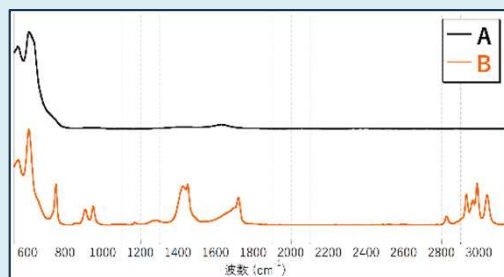


図 ラマンスペクトル

分散液Aの原液はpH2程度の強酸性で粒径は約2nm、分散液Bの原液は中性で粒径は約5nmと見積もられ、TEM観察結果と概ね良好な一致をみせた。原液に酸またはアルカリを滴下してpHを変えるにつれて、ゼータ電位は低下、粒径は増加し、分散安定性が表面の荷電状態に強く依存しているようすを定量的に検出できた。分散液Bは酸・アルカリの両側で粒径の増加が見られることから、最表面はジルコニアではなく両極性物質に覆われていると推測される。

分散液Aはジルコニアのみのラマンスペクトルを示し、強酸性下でのプラス電荷による反発でナノ分散を実現していることが分かる。分散液Bではカルボニル基を含む有機物が検出され、分散剤の表面吸着が示唆される。

まとめ

個々の測定法にはそれぞれ長所と短所があり、材料の詳細なキャラクタリゼーションが求められる場合は、複数の手法を上手く組み合わせることが有効です。KISTECでは様々な試験を行っておりますので、ぜひご活用ください。