

## 液相粒子合成法を用いた磁性複合材料の開発

微粒子の液相合成法を用いて微粒子担持、カプセル化を行い、複合材料の開発を行っています。ここでは磁気分離・磁気輸送を可能にする磁性粒子複合材料の開発について紹介します。

### 微粒子の液相合成法

微粒子の合成法は、塊を粉碎して微粒子化する粉碎法、気体原料の物理的状态変化または化学的变化を利用し粒子として析出させる気相合成法、溶液中で原料となる溶質を析出させ微粒子を生成する液相合成法などが知られています。液相合成法には

- 1) 溶質の組成と濃度の制御が容易
- 2) 温和な条件でも反応が進行

という特徴があります。これらの特徴を生かして様々な材料からなる微粒子の調製法が提案されています。磁性粒子についても $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ など酸化鉄を含む様々な組成の磁性粒子を合成することができます。また、液相合成法はあらかじめ反応系に核粒子になるものを導入すると、核粒子表面に析出成分を固定することができます。これを応用して、磁性粒子の担持やカプセル化による磁性複合材料を調製することができます。

### 磁性複合材料と磁気分離

磁性複合材料は磁場応答性を持ち、磁石や電磁石で誘導することで磁気輸送ができます。磁気輸送を用いて目的物質を分離する磁気分離では、目的物質をあらかじめ磁化するか磁性材料上に捕捉することで磁場によって目的物質を迅速に分離でき、特定の場所まで誘導することもできます。この分離法ではろ過のようにフィルターを使わないため目づまりが起きません。また、遠心分離のように密度差による沈降を行わないため、密度が近い物質同士の分離が困難になることもありません。このような特性から磁性材料を用いる磁気分離技術は排水処理や医療・バイオ技術へ応用される有用な技術となっています。

### 磁性粒子の担持

吸着材として使用される活性炭に磁性粒子を担持すると、活性炭の吸着力と磁気分離能力を併せ持つ複合材料となります。そこで、活性炭表面を核として液相合成法により酸化鉄粒子を析出させ、酸化鉄担持活性炭の調製を行いました。原料の活性炭と、この活性炭に担持処理を施した酸化鉄担持活性炭の透過型電子顕微鏡像を図1に示します。原料の活性炭は密度が低いいため電子線が透過しやすく一様に半透明でしたが、酸化鉄を担持した活性炭には半透明な活性炭上に黒色で示される数百ナノメートルの微粒子が

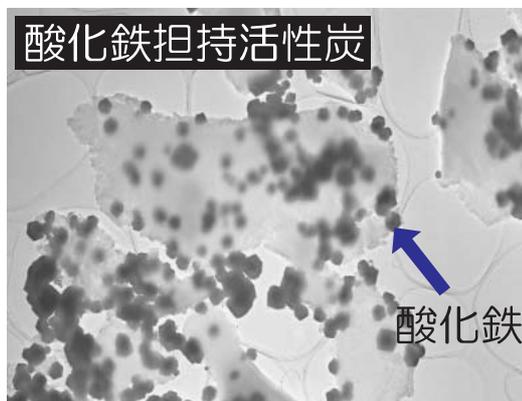
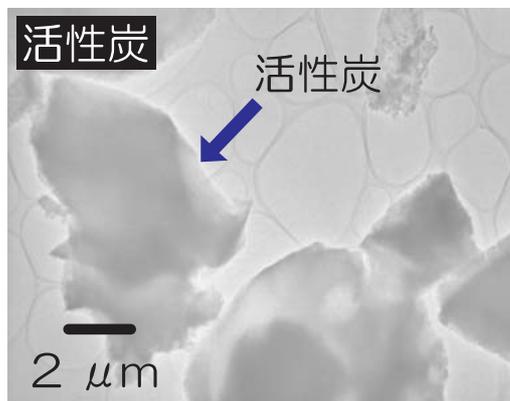


図1 原料活性炭と酸化鉄担持活性炭

表 酸化鉄仕込み量と担持量

仕込み /wt%	実測値 /wt%
10	12
25	28
50	49

付着していることが分かります。一方、活性炭に担持せずに独立して析出した微粒子は見られず、この手法で活性炭上に効率的に微粒子を担持することができました。活性炭表面に担持した微粒子の成分はX線回折法による分析で $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{Fe}_3\text{O}_4$ であることが判明しました。

この酸化鉄担持活性炭の磁場応答性を制御するためには酸化鉄粒子の担持量を制御する必要があります。そこで原料の仕込み量を変化させて酸化鉄担持処理を行いました。仕込み量から計算した酸化鉄担持量と熱重量分析から求めた酸化鉄担持量は、表に示すようにおよそ一致し、酸化鉄の担持量は原料の仕込み量で10～50 wt%に調整できることが明らかになりました。一番酸化鉄担持量の多い50wt%のサンプルでは、図2のように永久磁石で砂鉄のように捕集されました。この手法によって磁気輸送のできる活性炭を創ることができました。

### ナノ粒子のカプセル化

ナノ粒子はサイズ効果によってバルクと異なる物性が発現するため、これまでにない機能性

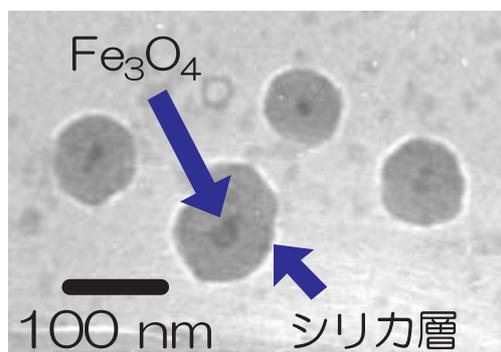


図3 液相法で合成したシリカカプセル化 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ナノ粒子

物質として近年注目を集める材料です。しかし、一般に溶液中の微粒子はサイズが小さいほど凝集しやすく、凝集によって粒径が増大しサイズ効果も失われるため、何らかの凝集防止処理が必要になります。そのような処理の一つにナノ粒子のカプセル化法が提案されています。これはナノ粒子をシリカのような安定な物質でカプセル化し、ナノ粒子同士の凝集を防止するというものです。シリカカプセル化は、ナノ粒子存在下でシリカの縮重合反応を行うことで、ナノ粒子表面にシリカを析出させシリカ層を形成して行われます。図3には $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ナノ粒子分散液に対しシリカカプセル化処理を施し生成したシリカカプセル化 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粒子の透過型電子顕微鏡像を示します。縮重合で生成したシリカは $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ナノ粒子を包み込み、シリカ層を形成していました。このシリカカプセル化 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粒子も磁石で捕集することができ、磁気分離への応用ができます。

### 最後に

当研究室では液相粒子合成法を応用することで、形状を制御した複合材料の合成に関する研究を行っています。また、研究内容や材料の分析についてのお問い合わせは下記連絡先にてお受けしています。お気軽にご相談ください。

研究開発部第二部 材料グループ <西が丘本部>

峯 英一 TEL 03-3909-2151 内線334

E-mail: mine.eiichi@iri-tokyo.jp



図2 酸化鉄担持活性炭の磁気応答性