

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-117094
(P2000-117094A)

(43) 公開日 平成12年4月25日 (2000. 4. 25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード* (参考)
B 0 1 J	13/00	B 0 1 J 13/00	A 4 D 0 7 7
B 0 1 D	17/05	B 0 1 D 17/05	4 G 0 6 5
B 0 1 F	17/12	B 0 1 F 17/12	

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平10-293912	(71) 出願人	391012394 東北大学長 宮城県仙台市青葉区片平2丁目1番1号
(22) 出願日	平成10年10月15日 (1998. 10. 15)	(72) 発明者	恒川 信 宮城県仙台市泉区南光台東1丁目43-6
		(72) 発明者	粕谷 厚生 宮城県仙台市泉区加茂1丁目13-5
		(74) 代理人	100059258 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

最終頁に続く

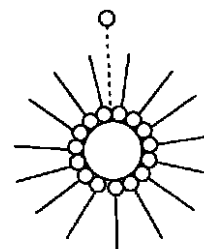
(54) 【発明の名称】 界面活性剤によるナノ粒子のサイズ分別法

(57) 【要約】

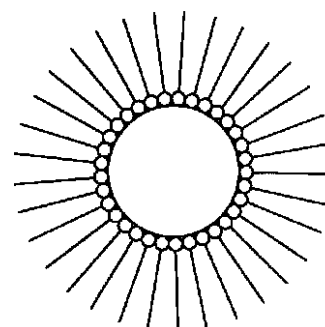
【課題】 ゾル液やミセル物質の如何にかかわらず、ミセル化された微粒子を含むゾルから、単分散に近いナノ粒子をサイズ毎に安定して分別する。

【解決手段】 ミセル化されたナノサイズの微粒子を含むゾルを、界面活性剤および有機溶媒と均一に混合し、しばらく放置して有機溶媒乳化相と水相とに分離させたのち、分離した水相に対し上記と同様の操作を順次に行うことによって、各有機溶媒乳化相中にそれぞれ単分散状態のナノサイズ微粒子を捕捉する。

(a)



(b)



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ミセル化されたナノサイズの微粒子を含むゾルに、界面活性剤と有機溶媒を加えて均一に混合したのち、しばらく放置して有機溶媒乳化相と水相とに分離し、ついで分離した水相に対して上記と同様の操作を順次に行うことにより、各有機溶媒乳化相中にそれぞれ単分散状態のナノサイズ微粒子を捕捉することを特徴とする、界面活性剤によるナノ粒子のサイズ分別法。

【請求項2】 請求項1において、界面活性剤としてアニオン系界面活性剤、また有機溶媒としてトルエンを用いることを特徴とする、界面活性剤によるナノ粒子のサイズ分別法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、界面活性剤によるナノ粒子のサイズ分別法に関し、特にミセル化された微粒子を含むゾルを処理して単分散に近いナノ粒子を得る場合に、ゾル液やミセル物質の如何にかかわらず、効果的にナノ粒子をサイズ毎に分別しようとするものである。この発明は、ナノテクノロジーに関わるナノ粒子を含む製品全てに適用が可能である。

【0002】

【従来の技術】10nm以下のミセル化された微粒子を含むゾルを処理して単分散に近いナノ粒子を得るには、従来クロマトグラフ法が有力とされてきた。しかしながら、この方法は、ゾル液の種類や、ミセル物質の種類に応じて、個別に最適カラムを見出す必要があり、膨大な時間や労力を必要としていた。しかも、この方法では、しばしば適合カラムなしという場合が生じるところにも問題を残していた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】この発明は、上記の問題を有利に解決するもので、ゾル液やミセル物質の如何にかかわらず、ナノ粒子をサイズ毎に効果的に分別することができる界面活性剤を利用したナノ粒子のサイズ分別法を提案することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち、この発明は、ミセル化されたナノサイズの微粒子を含むゾルに、界面活性剤と有機溶媒を加えて均一に混合したのち、しばらく放置して有機溶媒乳化相と水相とに分離し、ついで分離した水相に対して上記と同様の操作を順次に行うことにより、各有機溶媒乳化相中にそれぞれ単分散状態のナノサイズ微粒子を捕捉することを特徴とする、界面活性剤によるナノ粒子のサイズ分別法である。

【0005】この発明において、界面活性剤としてはアニオン系界面活性剤が、また有機溶媒としてはトルエンがとりわけ有利に適合する。

【0006】

【発明の実施の形態】以下、この発明を由来するに至っ

た実験結果について説明する。この実験では、ゾルとして粒径が1～6nmのセリア(CeO_2-x)を多分散させた強酸性ゾル(pH 1.5)を、また界面活性剤としてアニオン系界面活性剤(SDBS,SOS)を、さらに有機溶媒としてトルエンを用いた。ここに、SDBSとは $CH_3(CH_2)_9(C_6H_4)SO_3Na$ (sodium dodecylbenzene sulfonate)、またSOSとは $CH_3(CH_2)_7SO_3Na$ (sodium octyl sulfonate)のことである。

【0007】さて、上記したセリアゾルと界面活性剤(SDBSまたはSOS)とトルエン液とを一緒にして超音波を数分間かけたのち、ホモジナイザーにより均一に混合した。この混合液は、しばらく放置しておくも乳化状態のトルエン相と水相とに分離するので、分液ポートを使って水相を別の容器に移した。ついで、この水相に対し、上記と同様の操作を行ったのち、得られた水相を別容器に移した。さらに、もう一回同様の操作を行った。上記の処理により、1回目のトルエン相には粒径が 4.9 ± 0.8 nm、また2回目のそれには粒径が 3.8 ± 0.5 nm、さらに3回目のそれには粒径が 2.1 ± 0.3 nmの単分散に近いセリアゾルがそれぞれ捕捉されていた。そして、上記の各ゾルについて、有機溶媒であるトルエンを蒸発させたところ、保護コロイド化された安定で均質な超微粉末を得ることができた。

【0008】

【作用】この発明に従い、界面活性剤を活用することによってナノ粒子をサイズ毎に分別できるメカニズムは、次のとおりと考えられる。図1に示すとおり、小さい粒子(a)と大きい粒子(b)では、界面活性剤の疎水基末端の開き角が大きく異なるが、特に(a)に示すように開き角が大きくなると、余剰の界面活性剤の入り込み(インターディジット)が起こり、さらに親水性が増すと考えられる。このように、界面活性剤の吸着する粒子表面での密度が同じであっても、粒径が小さいと曲率の増大により、疎水基末端の開き角が大きくなるため、本来は疎水性であった界面活性剤の効力が、数ナノメートル以下の粒子に吸着した場合には親水性に傾き、粒子が水相へ残留する確率が高くなる。その結果より大きい粒子はトルエン相へ、より小さい粒子は水相へ分離するものと考えられる。なお、このメカニズムによると、疎水基の長さLが長い程この効果が大きくなると予想され、実際、SOS(L=1.2 nm)よりもSDBS(L=2.0 nm)の方が分離効果が大きいことが確認されている。

【0009】この発明の分別法は、ミセル化できる微粒子であれば、どのような物質にも適用することができる。また、この発明において、対象とするゾルが上記したような酸性ゾルの場合には、界面活性剤としては、アニオン系の界面活性剤を用いる必要があるが、逆に対象とするゾルがアルカリ性ゾルの場合には、界面活性剤としてはカチオン系の界面活性剤を用いる必要がある。さらに、この発明において、有機溶媒としては、上記した

トルエンが特に有利に適合するが、その他、粘性が小さくかつ揮発性が良いものであれば、従来周知の有機溶媒（ただし、アルコール類は除く）いずれもが適合する。

【0010】

【発明の効果】かくして、この発明によれば、ゾル液やミセル物質の如何にかかわらず、ミセル化された微粒子

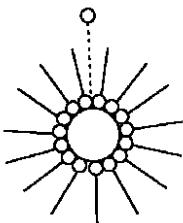
を含むゾルから、容易かつ簡便に単分散に近いナノ粒子を安定して分別することができる。

【図面の簡単な説明】

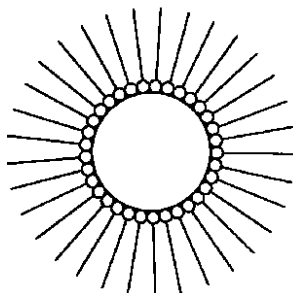
【図1】粒子の大きさによって、界面活性剤の疎水基末端の開き角が異なる様子を示す模式図である。

【図1】

(a)



(b)



【手続補正書】

【提出日】平成10年10月16日(1998.10.16)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0002

【補正方法】変更

【補正内容】

【0002】

【従来の技術】10nm以下のミセル化された微粒子を含むゾルを処理して単分散に近いナノ粒子を得るには、従来液体クロマトグラフ法が有力とされてきた。しかしながら、この方法は、ゾル液の種類や、ミセル物質の種類に応じて、個別に最適カラムを見出す必要があり、膨大な時間や労力を必要としていた。しかも、この方法では、しばしば適合カラムなしという場合が生じるところにも問題を残していた。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】この発明の分別法は、ミセル化できる微粒子であれば、どのような物質にも適用することができる。また、この発明において、対象とするゾルが上記したような酸性ゾルの場合には、界面活性剤としては、アニオン系の界面活性剤を用いる必要があるが、逆に対象とするゾルがアルカリ性ゾルの場合には、界面活性剤としてはカチオン系の界面活性剤を用いる必要がある。さらに、この発明において、有機溶媒としては、上記したトルエンが特に有利に適合するが、その他、粘性が小さくかつ揮発性が良いものであれば、従来周知の疎水性有機溶媒いずれもが適合する。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D077 AC01 AC05 BA13 CA12 DC04X
DC60X DC64X DE04X DE29X
4G065 AA01 AA06 AB01X AB01Y
AB22Y BA03 BA07 BB06
BB07 CA01 CA13 DA04 EA02
FA01 FA02