

## デカン酸修飾酸化セリウムナノ粒子の

### 超臨界二酸化炭素を媒体としたポリプロピレン基材への担持

(福井大) ○郭植、田畑功、堀照夫、廣垣和正、(東北大) 筈居高明、阿尻雅文

#### 1. はじめに

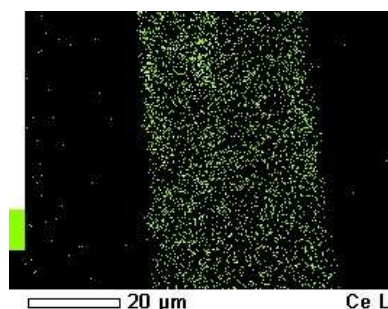
超臨界流体を媒体に用いた注入技術は、機能性高分子材料を調製するための新しい技術として注目されており、広く研究が行われている。本研究では、表面を有機修飾した無機ナノ粒子の超臨界二酸化炭素を媒体とした繊維材料への注入による担持とその機構の解明を目的とした。超臨界水熱合成によりデカン酸で修飾された酸化セリウムをモデルして、超臨界流体注入技術により、ポリプロピレンと酸化セリウムナノ粒子の複合材料の作製を試みた。

#### 2. 実験方法

厚さ 30 $\mu\text{m}$  のポリプロピレンフィルムを基材とし、超臨界水熱合成法で調製したデカン酸修飾酸化セリウムナノ粒子を注入する条件(温度、圧力、時間、粒子仕込み方法、粒子仕込み量、粒子サイズなど)を検討した。注入方法は、染色法と滴下法の二種類を用いた。染色法では、超臨界  $\text{CO}_2$  に溶解したナノ粒子をフィルムに収着させた。滴下法では、ナノ粒子溶解液をフィルムに滴下して乾燥させた後、超臨界  $\text{CO}_2$  で処理して収着させた。表面に付着しただけのナノ粒子を除去するため、いずれの処理後も試料をヘキサンで洗浄した。基材へのナノ粒子の注入量は、紫外可視分光光度計で未処理フィルムとの面積当たりの吸光度差を測定して評価した。基材内部のナノ粒子の分布状態は、エネルギー分散型 X 線分析 (EDX) 付きの走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察して評価した。

#### 3. 結果と考察

染色法によりナノ粒子を注入したフィルム断面の EDX による Ce マッピング像を図 1 に示す。フィル内部への均一な Ce の分布が確認された。ナノ粒子をフィルムに注入する条件として、温度、圧力、時間及び粒子仕込み量を調べた。染色法では、注入圧力と温度を高くすることで、ナノ粒子担持量が増加し、粒径 11 nm のナノ粒子の場合、130  $^{\circ}\text{C}$ 、26 MPa で 1 h の注



入により最大 1.4  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  に達した。ナノ粒子のフィルム内への拡散は非常に遅く、注入時間を長くすると増

加し、4 時間で最大 2.2  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  に達した。滴下法の場合では、染色法と比較して、基材へのナノ粒子の担持量を大幅に向上させることができ、130 $^{\circ}\text{C}$ 、1h、25MPa の条件下、注入量は約染色法の約 9 倍に達した。超臨界  $\text{CO}_2$  処理の効果を検証するため、 $\text{CeO}_2$  ナノ粒子溶解液の滴下のみ、滴下した後に熱処理したのみの対照実験を行った。図 2 より、25 MPa、1 h、100-130  $^{\circ}\text{C}$  の条件で、滴下のみと滴下して熱処理したのみの試料はナノ粒子が担持されなかったが、超臨界  $\text{CO}_2$  を用いたものは 10  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  以上のナノ粒子が担持された。

図 1 染色法により  $\text{CeO}_2$  ナノ粒子を注入したポリプロピレンフィルム断面の EDX 測定による Ce マッピング像

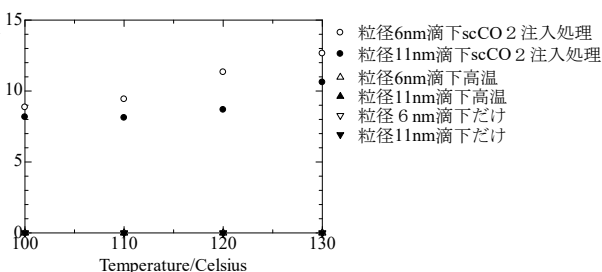


図 2 滴下法により  $\text{CeO}_2$  ナノ粒子を注入したポリプロピレンフィルムのナノ粒子担持量