

## 希薄溶液の遠心濃縮処理による粒子径測定

分離用超遠心機 CP-WX シリーズ / P70AT 形アングルロータ

近年のナノテクノロジーの産業の発達は著しく、様々な分野の材料において、ナノオーダーの粒子径サイズがコントロールされるようになってきています。作製した試料の粒子径分布を再現性良く正確に測定するために、前処理が大変重要になります。その前処理方法の一つに、超遠心機を使用しコンタミネーションや凝集体の影響を除去する分離精製や、濃度及び散乱光強度が低い試料の濃縮といった方法があります。

本稿では、測定試料の濃度が低く、また原液測定では散乱光強度が弱いためそのままでは測定できない試料を遠心機にて濃縮を行い、粒子径分布をレーザ回折/散乱式粒子径分布測定装置にて確認した手法をご紹介します。

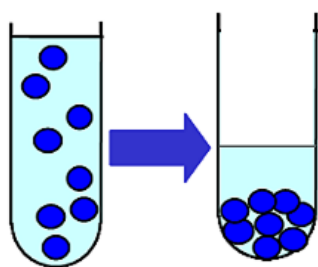


Fig.1 遠心濃縮のイメージ

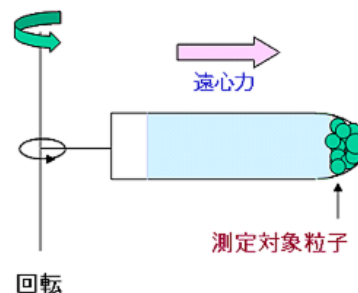


Fig.2 遠心濃縮のシステム

### 内容

#### 1. 分離サンプル

①30nm コロイダルシリカ(Ludox TM-50、密度:1.40g/cm<sup>3</sup>、Grace 社製) 0.25 mass%

②80nm PSL(NIST Standard 3080A、、密度:1.050g/cm<sup>3</sup>、Thermo Fisher Scientific 社製) 0.025 mass%

#### 2. 遠心及び測定条件

遠心機 : CP100WX 形超遠心機

ロータ : P70AT 形アングルロータ(8 本架け)

遠心管 : 30PC ボトル(C3)

回転速度 : 50,000rpm

最大遠心加速度 : 257,000 × g

遠心時間 : 40 分

粒子径測定装置 : レーザ回折/散乱式粒子径分布測定装置 LA-950V2(株堀場製作所社製)

測定温度 : 25°C

粒子径分布基準 : 体積

試料屈折率 : 1.45-0.00i(コロイダルシリカ)、1.59-0.00i(PSL)

分散媒屈折率 : 1.33-0.00i

測定手法 : バッチ式セル(極微量用 約 10ml)

### 3. 結果

0.25mass%のコロイダルシリカ(30nm)と 0.025mass%の PSL(80nm)のいずれの試料も前処理なしで粒子径分布を測定すると、散乱光強度が非常に低く分布が得られません。そこで、超遠心機により2倍の濃度に濃縮し粒子径分布測定を行った結果を Fig.3 と Fig.4 に示します。各試料とも繰り返し3回測定を行い、再現性の良い結果が得られています。

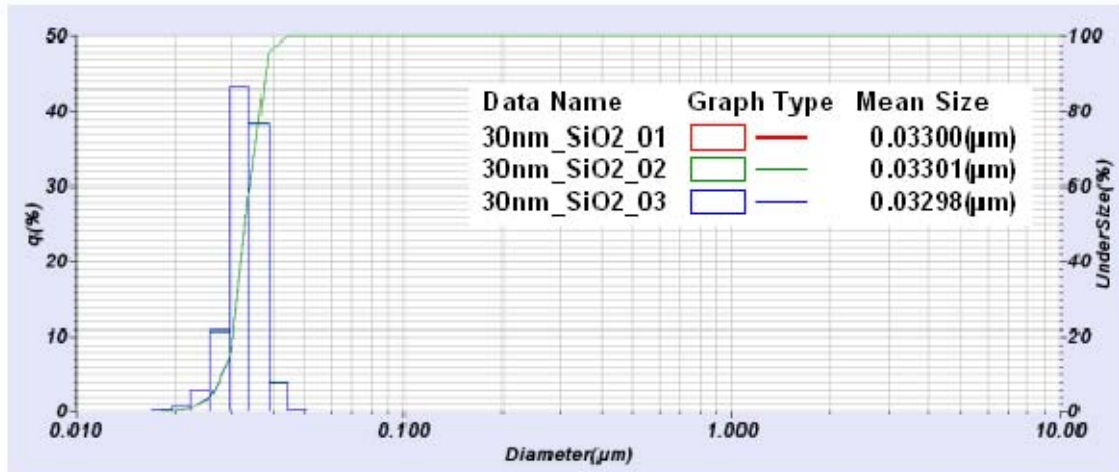


Fig.3 遠心濃縮後のコロイダルシリカ(30nm)の粒子径分布結果比較

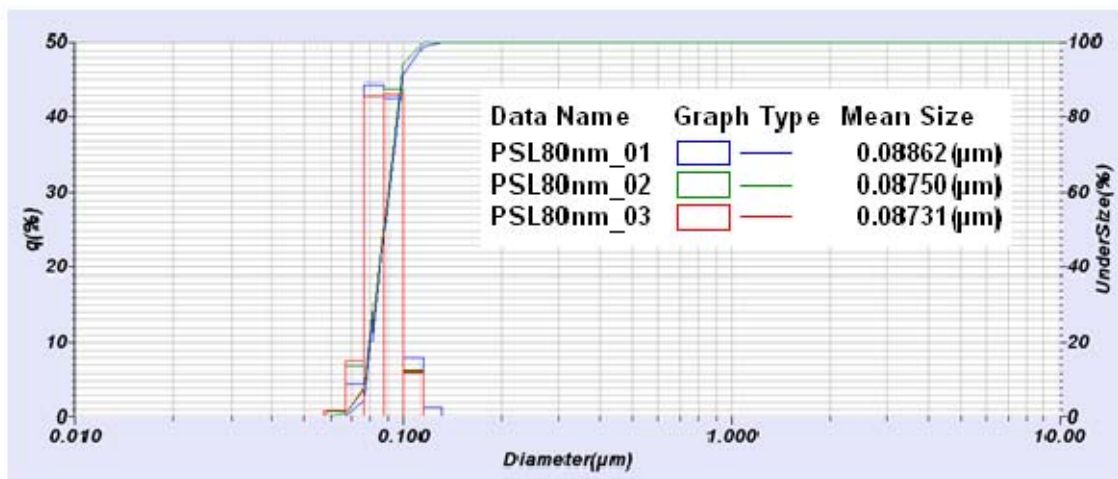


Fig.4 遠心濃縮後の PSL(80nm)の粒子径分布結果比較

本資料に関するお問い合わせは日立工機(株)のホームページ  
(<http://www.hitachi-koki.co.jp/contact/>) からお願い致します。

【製造・販売・保守】

 日立工機株式会社

**URL** <http://www.hitachi-koki.co.jp/himac/>

首都圏地区 (甲信越を含む) 〒108-6020 東京都港区港南 2-15-1 (品川インターシティ A 棟) 03-5783-0614

北海道地区 〒004-0053 札幌市厚別区厚別中央三条 1-2-20 011-896-1748

東北地区 〒984-0002 仙台市若林区卸町東 3-3-36 022-288-0435

中部地区 〒451-0051 名古屋市西区則武新町 1-32-16 052-533-0522

関西地区 (中国・四国・京都を含む) 〒663-8243 西宮市津門大筒町 10-20 0798-23-4125

九州地区 〒813-0062 福岡市東区松島 4-8-5 092-622-4025