研究論文
J. Jpn. Soc. Colour Mater., **87**〔10〕，352–355（2014）

マイクロリアクターとマイクロ波反応装置を用いたAuナノ粒子の合成

堀越　智*,†・鷲見卓也*・小浦節子**・鳥越幹二郎***・阿部正彦****

*上智大学理工学部物質生命理工学科　東京都千代田区紀尾井町7-1（〒102-8554）
**日新製鋼㈱技術研究所　千葉県市川市高谷新町7-1（〒272-0011）
***東京理科大学理工学部工業化学科　千葉県野田市山崎2641（〒278-8510）
****東京理科大学総合研究機構　千葉県野田市山崎2641（〒278-8510）
† Corresponding Author, E-mail: horikosi@sophia.ac.jp

（2014年7月31日受付，2014年8月18日受理）

要　　旨

マイクロ波を用いたAuナノ粒子の合成の前処理にマイクロリアクターを用いることで，還元力の弱い還元剤中であっても均一な粒子径を迅速に合成できることを見いだした。マイクロリアクターを用いて試料水溶液を0.5 mL s^{-1}の流速で混合撹拌したところ，金ナノ粒子の核が生成した。生成した核をマイクロ波照射により迅速に加熱したところ，均一なサイズの二種類のAuナノ粒子（約7 nmおよび16 nm）が生成した。一方，マイクロリアクターの流速を1.0 mL s^{-1}以上に設定したところ，7 nmの微細なナノ粒子しか生成しなかった。さらに流速をより高速（2.0 mL s^{-1}）にすることで，その均一度が向上することがわかった。つまり，マイクロリアクターの流速の変化はナノ粒子の成長に大きく影響を及ぼすことがわかった。ちなみに，マグネティックスターラー撹拌を行った試料を用いても，マイクロ波によるAuナノ粒子の生成は確認されなかった。

キーワード：ナノ粒子，マイクロ波，マイクロリアクター

1. 緒　　言

近年，金属ナノ粒子はさまざまな分野での利用が期待されてきた[1]が，なかでも多層ファインピッチの電気配線や燃料電池等の触媒利用が広く検討されている。これらのニーズに対し，粒径分布が狭く高品質な金属ナノ粒子を安価に，かつ迅速合成する手法が求められている。また，液相法を用いた金属ナノ粒子の合成法では，主として種々の強力な還元剤を用いているが，これらの物質は反応後に溶液中に不純物として残留することが懸念される。したがって，近年，常温では反応が進みにくい弱い還元剤を用いて加熱などのエネルギーを付加することによる還元反応の速度制御を行う方法が注目されている。その一つとして，マイクロ波加熱を用いた金属ナノ粒子の合成法が世界中で盛んに行われている[2]。マイクロ波はさまざまな有機合成の熱源としてすでに利用されており，マイクロ波を用いることで化学反応時間の劇的な短縮が進むことが知られている[3]。一方，マイクロ波を用いたナノ粒子合成では，金属塩あるいは金属錯体の溶液を化学還元または熱分解して合成する方法が知られており，マイクロ波法は粒径分布の狭いナノ粒子の合成を非常に短時間で合成できる特徴をもっている。また，誘電損失（マイクロ波加熱効率を決定する因子）を考慮した原料，保護材，溶媒を使用すると，マイクロ波でナノ粒子の形状制御も行うことができる。さらに，マイクロ波を用いたナノ粒子の連続合成についても研究されており，高品質なナノ粒子を高速に連続大量合成できることが報告されている[2,4]。

一般に，粒径分布の狭い単分散なナノ粒子を液相法で合成するためには，ナノ粒子の核形成とその成長を精密に制御する必要があると言われている。たとえば，単分散のナノ粒子を合成するモデルとしてLaMerモデルが知られている[5]。ナノ粒子の核形成は，試料濃度に対して還元剤濃度が増加することにより起こり，その臨界飽和度を超えるとナノ粒子の核形成が開始する。その後，核はさらに成長することでナノ粒子に変化するため，核の形成から粒子の形成は溶液内で競争的に進行することが推測される。

一方，加熱を用いたナノ粒子の合成法では，弱い還元剤を加えた後の溶液の温度を変化させることによって還元速度を制御するため，単分散なナノ粒子の核を得るには溶液を均一に加熱する必要がある。マイクロ波加熱はほかの熱源に比べて熱伝導に依存することなく試料自身を加熱できることから，既存の加熱法に比べて試料を迅速に，かつ均一加熱することができる[4]。したがって，マイクロ波法を使うことで既存加熱法よりも粒径分布の狭いナノ粒子を生成できるはずである。

本研究では，既存のマイクロ波法では長時間の加熱が必要な還元条件下であっても，マイクロリアクターを合成の前処理として使用することにより，高品質な金属ナノ粒子を短時間で合成することを試みた。なお，マイクロリアクターとはマイクロメートル幅の空間内で溶液を流通混合させる連続混合機のことである[6]。われわれは，マイクロリアクターが溶液内の各試料を分子レベルで均一に混合撹拌できるため，ナノ粒子の原料，還元剤，保護材を効率的に混合させることができるものと予想した。すなわち，マイクロリアクター混合撹拌による核の均一成長と，マイクロ波によるナノ粒子の均一成長を組み合わせた新しい合成法を提案することを目的とした。

© 2014 Journal of the Japan Society of Colour Material