

マイクロ波加熱を用いた CoO および NiO 酸化物ナノ粒子の合成

(奈良女子大生活環境) O原田雅史・佐田智子・高橋優里

【緒言】 マイクロ波加熱は従来の加熱法と比べ、急速かつ均一な加熱が可能であることから、ナノサイズで粒径や形状を制御し、粒径分布が小さいナノ粒子を合成する方法として利用されている。酸化物ナノ粒子は、その独特の電氣的・光学的・磁気的特性からさまざまなデバイスに応用されており注目を集めているが、液相中での酸化物ナノ粒子の形成メカニズムについては未だ不明な点が多い。そこで本研究では、バッチ型あるいは流通型反応システムを用いたマイクロ波急速加熱によりオレイン酸(OA)、オレイルアミン(OAm)、トリオクチルホスフィンオキシド(TOPO)に保護された酸化物ナノ粒子(NiO, CoO)を合成し、合成条件(マイクロ波照射方法、反応温度、溶媒、出発原料、保護剤の種類等)がナノ粒子の構造や分散性に与える影響について検討した。

【実験】 OA, OAm, TOPO が溶解した 1-オクタノールあるいは 1-ドデカノール溶媒に金属錯体($\text{Co}(\text{acac})_2$, $\text{Ni}(\text{acac})_2$ 、ギ酸コバルト、ギ酸ニッケル、 $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 等)を添加後、バッチ反応系あるいは流通反応系でマイクロ波を 20 分間(あるいは 60 分間)照射して、溶媒の沸点(1-オクタノールでは 190°C、1-ドデカノールでは 260°C)で酸化物ナノ粒子を合成した。得られた試料の構造解析は、透過型電子顕微鏡(TEM)観察および EXAFS 測定により行った。

【結果と考察】 TEM 観察から、 $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ から合成した CoO 酸化物ナノ粒子は約 3~5 nm で、比較的均一であった(Fig. 1)。Fig. 2 は Co-K 吸収端での標準試料(CoO 粉末、 $\text{Co}(\text{acac})_2$ 粉末)と酸化物ナノ粒子分散液の EXAFS スペクトルを示す。マイクロ波照射前の溶液[(1)と(3)]は出発原料である $\text{Co}(\text{acac})_2$ と同じスペクトル形状を示したが、所定時間のマイクロ波を照射した溶液[(2)と(4)]では CoO 粉末と同様、Co-O 結合と Co-Co 結合に由来する2本のピークが見られ、CoO 酸化物ナノ粒子が形成されていることが分かった。同様に、Ni-K 吸収端の測定から NiO 酸化物ナノ粒子の形成も明らかとなった。溶媒、金属錯体、保護剤の種類ならびにマイクロ波照射条件を変化させると、粒子径や分散性を制御できることが示された。

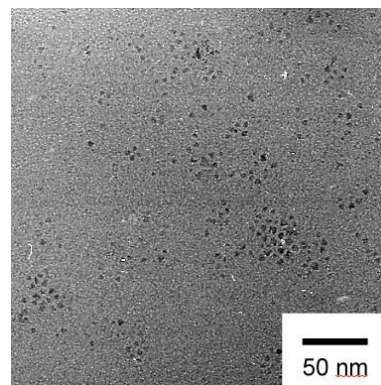


Fig. 1 TEM image of CoO nanoparticles prepared in dodecanol containing $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, OAm, and TOPO by using MW heating.

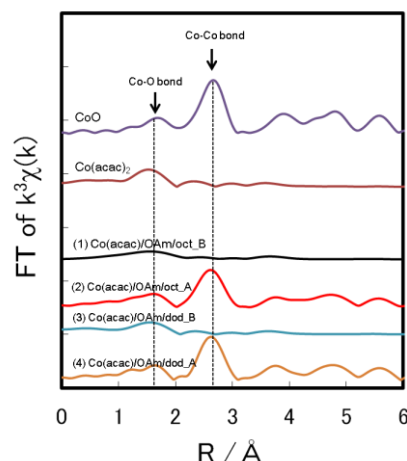


Fig. 2 Fourier transforms of Co K-edge EXAFS spectra for the colloidal CoO nanoparticles before and after MW irradiation, as well as those of the reference compounds.

Synthesis of CoO and NiO Nanoparticles by Microwave Heating

M. HARADA, T. SADA, Y. TAKAHASHI (Nara Women's Univ., harada@cc.nara-wu.ac.jp)

We have demonstrated the development of microwave-assisted synthesis and the structural analysis of CoO and NiO nanoparticles by the use of TEM and EXAFS measurements. After the irradiation of microwave, CoO and NiO nanoparticles coordinated by oleylamine (and/or oleic acid) or TOPO were fabricated at 463 K in 1-octanol or at 533 K in 1-dodecanol. The formation of CoO and NiO nanoparticles more noticeably proceeded in 1-dodecanol than in 1-octanol, suggesting that higher temperature enhanced the reaction efficiency. The dependence of reaction condition (MW irradiation time, reaction temperature, starting compound, additives, solvent, etc.) on the structure of the finally-obtained oxide nanoparticles is also examined.