

多孔質球状ダイヤモンド粒子の細孔特性制御及び表面修飾

(東理大理工¹・東理大総研機構²・JST ACT-C³) ○齋藤徹¹・伊藤彩香¹・相川達男^{1,2}・近藤剛史^{1,2,3}・湯浅真^{1,2,3}

1.緒言: 化学的・物理的に安定なナノダイヤモンド粒子 (ND) を原料として作製される多孔質ダイヤモンド球状粒子 (PDSP) は、様々な環境での使用や、長期的で安定な利用が可能な多孔質材料としての応用が期待される。多孔質材料としての機能性の向上や応用の幅を広げるために細孔特性制御が望まれるが、PDSPにおいてその技術はまだ確立されていない。そこで、本研究では1次粒子径の異なる ND から PDSP を作製することで細孔特性の制御を試みた。また、PDSP のカラム充填剤への応用を目指し、表面にアルキル基による表面修飾を検討した。

2.実験: バインダーであるポリエチレングリコール(PEG)を含む水溶液に ND を分散させ、スプレードライ法で球状の ND/PEG 粒子を作製した。ND には MD-20, -30, -50 (トーメイダイヤ製、平均粒子径 20, 30, 50 nm) を用いた。また MD-20, -30 に関しては、遠心分離(10000 rpm, 90 min)により微小粒子を取り除き分級した。その後、空气中 300 °C で加熱して PEG を熱分解除去し、CVD ダイヤモンド成長による結着処理を施して、PDSP を得た。さらに、グラファイト不純物を選択除去するために、空气中 425 °C で加熱酸化処理をした。その後、水素雰囲気下での加熱処理により粒子表面を水素終端化し、光化学修飾によりオクタデシル基を修飾した。

3.結果と考察: MD-20, -30 に遠心分離を 10000 rpm、90 min の条件で行い、動的光散乱法(DLS)により粒子径分布を測定したところ、遠心分離後には上澄みに微小粒子の存在が確認されたため、ND を分級できたことが示唆された。分級した MD-20, -30 と MD-50 で作製した PDSP の走査型電子顕微鏡 (SEM) による形状観察から、いずれも球状の粒子形成が確認された。また、窒素吸着法による細孔評価の結果では、MD-20, -30, -50 で作製した PDSP において吸脱着等温線の高圧領域にヒステリシスが見られ、細孔径分布にそれぞれ 4.3, 5.7, 9.4 nm 付近でピークが見られたことより、メソ孔を有することが示された。さらにこれら PDSP の細孔特性を比較した(表 1)。これより、ND の粒子径が小さくなるに従って比表面積が増加し、平均細孔径が小さくなることが確認された。このことから、ND の粒子径を変化させることで、PDSP の細孔特性が制御できることが示唆された。また各

PDSP 粒子表面を光化学修飾法によりオクタデシル基で修飾できたことを赤外分光法 (IR) により確認した。

Table1 The pore properties of

PDSP were fabricated from ND with various primary particle diameters

Sample	平均粒子径 [nm]	比表面積 [m ² /g]	全細孔容積 [cc/g]	平均細孔径 [nm]
MD-20	20	188	0.202	4.3
MD-30	30	137	0.196	5.7
MD-50	50	81.3	0.190	9.4

Surface modification of porous diamond spherical particles with various pore sizes

T. Saito¹, A. Ito¹, T. Aikawa^{1,2}, T. Kondo^{1,2,3}, M. Yuasa^{1,2,3}

(¹Fac. of Sci. and Technol., Tokyo Univ. of Sci.; ²RIST, Tokyo Univ. of Sci.; ³JST ACT-C, j7213632@ed.tus.ac.jp)

Porous diamond spherical particles (PDSPs) were fabricated from diamond nanoparticles (ND) with various primary particle diameters and the pore properties were investigated by nitrogen adsorption. The PDSPs were formed by spray drying of a slurry containing ND with average diameter of 20, 30 or 50 nm, followed by diamond growth on the particle surface by chemical vapor deposition method. The BET specific surface area of the PDSP was found to increase as the ND diameter decreased, indicating that the interparticle space of the ND can act as pore of the PDSP.