

# ナノ粒子複合材の粒子径測定

## - 密度勾配超遠心法と動的光散乱法を用いて -

卓上型超遠心機

Optima™ MAX-XP

ゼータ電位・ナノ粒子径測定装置

Delsa™ Max PRO

精密粒度分布測定装置

Multisizer™ 4

近年のナノテクノロジーの進歩により、ナノ粒子の正確な径を求めることがますます重要になってきています。

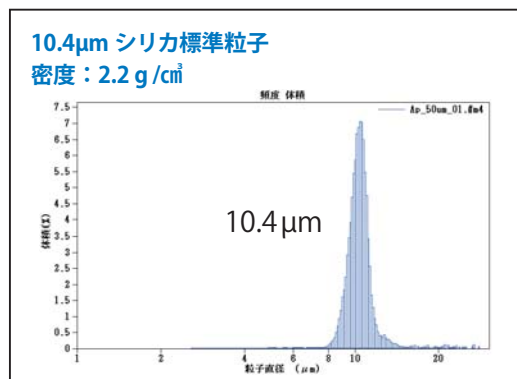
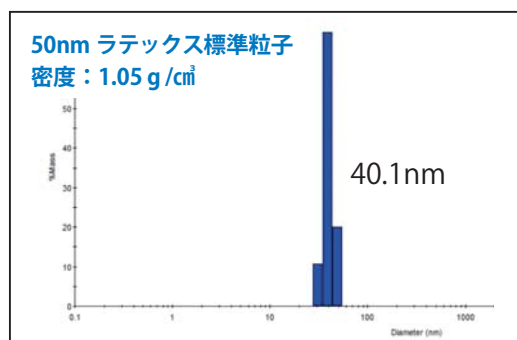
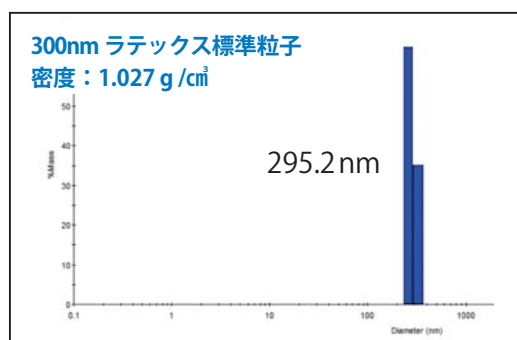
ナノ粒子の粒子径測定には、動的光散乱法（光子相関法）が最もよく使われますが、サンプルが複合材である場合は、それを単一材に分離できれば、より正確な粒子径測定が可能になります。

今回の実験では、密度の異なる3成分からなる複合材を密度勾配超遠心法により分離し、粒子径測定した結果を報告します。

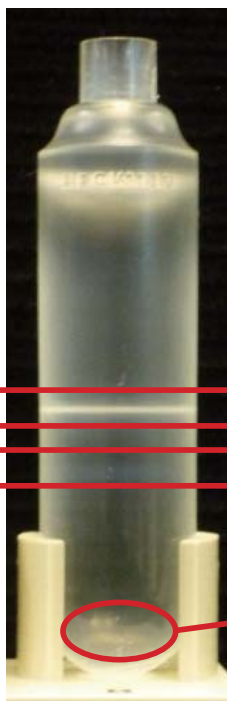
### 遠心条件

- 使用機器 : Optima MAX-XP
- 使用ロータ : 固定角ロータ TLA-110
- 遠心力 : 543,000 × g (100,000rpm)
- 遠心時間 : 8 時間
- 密度勾配液 : 5,10,15,20,25 (W/W%) ショ糖溶液
- 遠心サンプル : 50nm 標準粒子、300nm 標準粒子、10.4μm 標準粒子の混合液

### 測定結果



### 遠心結果



## 実験の解説

通常のベレティングおよび密度勾配遠心・沈降速度法においては、粒子の大きさが最も大きな分離ファクタになって沈降しますが、この実験では密度が分離ファクタになる密度勾配・遠心沈降平衡法を行っています。固定角ロータを使用することで、より大きな遠心力が使えるので、スウィングロータを使用する場合と比べて時間も 1/3 程度で分離しています。

チューブの中層にバンドを形成している成分の回収は、チューブ側面をシリンジで穿刺して採取し、DelsaMax PRO で測定しました。底に沈殿している成分は、チューブをカットして採取し、Multisizer 4 で測定しました。

この実験結果から、ナノ粒子複合材サンプルの粒子径測定には、密度勾配超遠心・沈降平衡法は、非常に有効な手段と思われます。

## 使用装置

### 1. 超遠心分離装置

#### 卓上型超遠心機 Optima MAX-XP

最高回転数	: 150,000 rpm
最大遠心力	: 1,019,000 g
使用ロータ	: 固定角ロータ TLA-110
使用チューブ	: 4.7 mL OptiSeal チューブ



### 2. 粒子径測定装置 (50 / 300nm 標準粒子)

#### ゼータ電位・ナノ粒子径測定装置 DelsaMax PRO

測定範囲	: 0.4 nm ~ 10 μm
測定原理	: 動的光散乱法
測定時間	: 1 秒 ~
最少サンプル容量	: 45 μL



### 3. 粒子径測定装置 (10.4 μm 標準粒子)

#### 精密粒度分布装置 Multisizer 4

測定範囲	: 0.4 ~ 1,600 μm
測定原理	: コールター原理 (電氣的検知帯法)
分解能	: 0.01 μm



### 4. 標準粒子

50 nm ラテックス標準粒子 (ベックマン・コールター社製)

粒径範囲:  $41.48 \pm 2.4887$  nm

300 nm ラテックス標準粒子 (ベックマン・コールター社製)

粒径範囲:  $294.19 \pm 17.651$  nm

10.4 μm シリカ標準粒子 (Thermo Fisher Scientific 社)

粒径範囲:  $10.4 \pm 1.0$  μm

## ベックマン・コールター株式会社

本社: 〒135-0063 東京都江東区有明3-5-7 TOC有明ウエストタワー

お客様専用 ☎ 0120-566-730 ☎ 03-6745-4704 FAX 03-5530-2460  
e-mail bckkcas@beckman.com URL <http://www.beckmancoulter.co.jp>

本内容は予告なく変更する場合がありますのでご了承ください。