

# 超小角 X 線散乱および小角 X 線散乱測定による 磁性流体中のフェライトナノ粒子の分散状態評価 Evaluation of Ferrite Nanoparticles Dispersion State in Magnetic Fluid through USAXSA and SAXS Measurements

矢吹 純  
Jun Yabuki

株式会社イチネンケミカルズ  
ICHINEN CNEMICALS CO., LTD.

近年、感温性磁性流体は熱マネジメントシステムへ応用が可能であることから注目されている。しかしながら、磁性流体が高価であることから社会実装には至っていない。磁性流体を安価に供給するためには精製工程の簡略化が必要であるが、磁性流体は粒子の分散濃度が高く、黒色不透明であることから分散状態を評価できず、これまで簡略化が困難だった。そこで、分散条件が分散状態に与える影響を明らかにすることを目的として、磁性流体の USAXS および SAXS 測定を行った。その結果、フェライト濃度が 50 wt% の磁性流体でも分散状態を評価できることが分かった。

キーワード： USAXS, SAXS, 磁性流体

## 背景と研究目的：

感温性磁性流体は磁化の温度依存性の大きい強磁性ナノ粒子からなる磁性流体であり、熱輸送システムへの応用が期待されている。本システムは、感温性磁性流体をループ状の流路へ封入し、磁場と温度勾配を与えると低温部から高温部へと自発的に一方向へ流動する特性 (Fig. 1) を利用したものであり、ポンプなどの動力を必要としないため省スペースかつ省エネルギーで排熱を除去・回収できる。このことから、これまで回収が困難だった低温排熱の有効利用や狭小部の除熱が可能となることが期待できる。しかしながら、磁性流体の感温性が不十分であることや、磁性流体が高価であることから実用化には至っていない。当社はこれまでに、粒度分布が狭く、サイズおよび形態制御された Mn-Zn フェライトナノ粒子の合成法を確立し、十分な感温性を有する粒子を得ることができている。一方で、磁性流体が高価であるのは粒子を溶媒に分散させ、磁性流体を調製したのちに、分散安定性の悪い粒子を取り除く精製工程に時間と人手を要するためである。分散工程の改良が困難であるのは、磁性流体の濃度が高く、黒く着色しており、分散状態を詳細に解析することができないためである。そこで放射光散乱測定により磁性流体中での粒子の分散状態を明らかにするとともに、沈殿物の解析を行うことで分散工程の改善につなげたい。

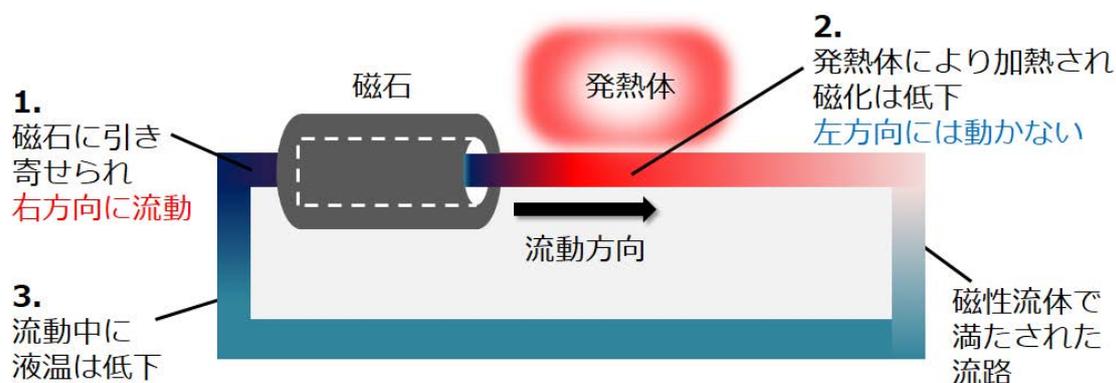


Fig. 1 熱輸送システム概略図

### 実験：

本課題では広く知られた手法である共沈法[1] で合成したフェライトナノ粒子を用い、分散工程後とその後の精製工程後のサンプルの超小角および小角 X 線散乱測定を行った。分散媒には灯油または絶縁油を用い、フェライト濃度はそれぞれ 50 wt% に調整した。サンプルは内径 1.5 mm の Boro-Silicate 製のキャピラリーに充填して測定に供した。測定はビームライン BL19B2 にて、X 線のエネルギーを 18 keV とし、カメラ長は 40.9 m および 3.0 m とした。この際、カメラ長はコラーゲンを用いて補正した。検出器は PILUTUS 2M を使用し、1 測定当たりの X 線照射時間は USAXS では 30 秒、SAXS 測定では 10 秒とした。

### 結果および考察：

測定結果を Fig. 2 に示す。本結果より、50 wt% の濃度であっても十分な散乱強度が得られることが分かった。分散工程のみのサンプルでは超小角領域で散乱強度が上昇していることから凝集体が存在していることが示唆された。しかしながら、精製工程後では超小角領域での散乱強度の立ち上がりは小さくなり、凝集体が除去されていることが分かった。精製を行った 2 サンプルについて、Guinier plot より粒径を求めたところいずれも 10.9 nm であり、TEM より求めた平均粒径とよく一致するため、磁性流体中で粒子が一次粒子の形態で分散していることが分かった。

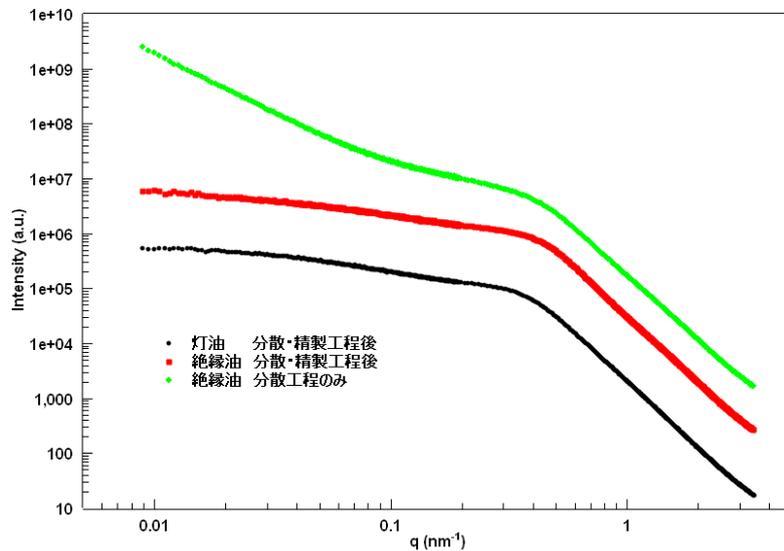


Fig. 2 USAXS および SAXS プロファイル

### 今後の課題：

今後は用いる界面活性剤や、分散条件を変化させたサンプルを作製し、USAXS および SAXS 測定することでそれぞれが分散状態に与える影響を評価することで、精製工程の簡略化につなげていきたい。

### 参考文献：

[1] 神山新一，磁性流体入門，産業図書株式会社，1989，8.