

Title	超微細マイクロリアクターを用いた金属ナノクラスター精密合成法の開発
Sub Title	Development on ultrafine microfluidic reactor for fine synthesis of metal nanoclusters
Author	角山, 寛規(Tsunoyama, Hironori)
Publisher	慶應義塾大学
Publication year	2019
Jtitle	学事振興資金研究成果実績報告書 (2018.)
JaLC DOI	
Abstract	<p>本年度学事振興資金 (個人研究) の支援の下、有機分子保護金属ナノクラスターの精密合成に向けた全金属製超微細マイクロリアクターを開発し、金属ナノクラスターの湿式合成におけるサイズ選択性の向上および化学的合成の難しい金属種への適応を進めた。これまでに開発した15μm流路のマイクロリアクターは、ジルコニアへの研削加工によって微細流路を加工する方法をとっていたが、この方法では、15μmより微細な流路の加工が困難であった。そこで、流路部の材質を切削加工の可能な高耐食性金属 (ハステロイ) とし、金属平板への切削により5μmの微細流路を加工した上で、複数枚重ねることで、世界最小幅となる5μm流路を多数重ねた多層流型マイクロリアクターを開発した。微細流路となるポケット部の平滑性をコイニング加工によって高めるとともに、積層後のマイクロ流路端面のバリを、超音波加工および酸を用いた化学的処理によって取り除いた結果、圧力損失を低下させ、中圧ポンプ (吐出圧2気圧程度) による送液を可能にした。加えて、送液方法を高圧ポンプ (吐出圧10気圧程度) に変えることで、金属ナノクラスター合成時においても円滑な送液を可能にした。また、この手法では、一組のマイクロチャンネル加工平板を積層することで多層チャンネル化が可能であり、従来の2倍の流路数を達成した。</p> <p>新たに開発した5μm多層流型マイクロリアクターと従来型である15μm多層流型マイクロリアクターを用いて、ポリマー保護金 (Au) ナノクラスターの化学的合成におけるサイズ選択性の違いを検討した結果、最も微細な20原子程度のナノクラスターの選択性が、従来型に比べて数倍高まることを確認した。フラスコ等を用いたバッチ式の化学還元法では作製が困難であった、白金 (Pt) やパラジウム (Pd) などのポリマー保護金属ナノクラスターの合成を検討した結果、5μm多層流型マイクロリアクターによる高速混合および核生成に重要な還元反応の速度のみを加熱によって高めることができた結果、1nm (40原子相当) の微小な金属ナノクラスターの合成に成功した。</p> <p>All-metal ultrafine microfluidic reactor was developed for fine synthesis of ligand-protected metal nanoclusters. Performance of the microfluidic reactor was tested for improvement on size-selectivity in a wet-chemical synthesis of various transition metal nanoclusters. In the former type of microfluidic reactor, the ultrafine mixing channels (15 μm) were made by the grinding method on zirconia block, where the width of the mixing channels is limited by the thickness of a circular grindstone (15 μm). Therefore, a fabrication method of the mixing channels was improved; a mixing channel of 5-μm depth was fabricated by the milling to thin plate made by anticorrosive metal (Hastelloy). Ultrafine microfluidic reactor with a multilaminar flow arrangement was developed by stacking the thin plates with a micro-channel (5 μm). Pressure drop of the microfluidic reactor was decreased by smoothing the surface of micro-channels and outlet surface of the stacked micro-channels. In addition, high-pressure liquid pumps instead of typical syringe pumps enable smooth operation of the reactor for wet-chemical synthesis of metal nanoclusters. The stacking method enables high-degree of multi-laminar, which was twice as the former microreactor.</p> <p>Performance of the 5-μm microfluidic reactor was tested for a synthesis of polymer-stabilized gold (Au) nanoclusters. The new reactor improves a selectivity of the smallest Au nanoclusters with 20 Au atoms by several times from the former microreactors. The new reactor also enables syntheses of fine smallest (~1 nm) platinum and palladium nanoclusters stabilized with polymer, which have not been synthesized by a conventional batch reactors.</p>
Notes	
Genre	Research Paper
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=2018000005-20180188

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the Keio Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

研究代表者	所属	理工学部	職名	准教授	補助額	1,000 (特A)千円
	氏名	角山 寛規	氏名 (英語)	Hironori Tsunoyama		
研究課題 (日本語)						
超微細マイクロリアクターを用いた金属ナノクラスター精密合成法の開発						
研究課題 (英訳)						
Development on Ultrafine Microfluidic Reactor for Fine Synthesis of Metal Nanoclusters						
1. 研究成果実績の概要						
<p>本年度学事振興資金（個人研究）の支援の下、有機分子保護金属ナノクラスターの精密合成に向けた全金属製超微細マイクロリアクターを開発し、金属ナノクラスターの湿式合成におけるサイズ選択性の向上および化学的合成の難しい金属種への適応を進めた。これまでに開発した 15 μm 流路のマイクロリアクターは、ジルコニアへの研削加工によって微細流路を加工する方法をとっていたが、この方法では、15 μm より微細な流路の加工が困難であった。そこで、流路部の材質を切削加工の可能な高耐食性金属（ハステロイ）とし、金属平板への切削により 5 μm の微細流路を加工した上で、複数枚重ねることで、世界最小幅となる 5 μm 流路を多数重ねた多層流型マイクロリアクターを開発した。微細流路となるポケット部の平滑性をコイニング加工によって高めるとともに、積層後のマイクロ流路端面のバリを、超音波加工および酸を用いた化学的処理によって取り除いた結果、圧力損失を低下させ、中圧ポンプ（吐出圧 2 気圧程度）による送液を可能にした。加えて、送液方法を高圧ポンプ（吐出圧 10 気圧程度）に変えることで、金属ナノクラスター合成時においても円滑な送液を可能にした。また、この手法では、一組のマイクロチャンネル加工平板を積層することで多層チャンネル化が可能であり、従来の 2 倍の流路数を達成した。</p> <p>新たに開発した 5 μm 多層流型マイクロリアクターと従来型である 15 μm 多層流型マイクロリアクターを用いて、ポリマー保護金（Au）ナノクラスターの化学的合成におけるサイズ選択性の違いを検討した結果、最も微細な 20 原子程度のナノクラスターの選択性が、従来型に比べて数倍高まることを確認した。フラスコ等を用いたバッチ式の化学還元法では作製が困難であった、白金（Pt）やパラジウム（Pd）などのポリマー保護金属ナノクラスターの合成を検討した結果、5 μm 多層流型マイクロリアクターによる高速混合および核生成に重要な還元反応の速度のみを加熱によって高めることができた結果、1 nm（40 原子相当）の微小な金属ナノクラスターの合成に成功した。</p>						
2. 研究成果実績の概要 (英訳)						
<p>All-metal ultrafine microfluidic reactor was developed for fine synthesis of ligand-protected metal nanoclusters. Performance of the microfluidic reactor was tested for improvement on size-selectivity in a wet-chemical synthesis of various transition metal nanoclusters. In the former type of microfluidic reactor, the ultrafine mixing channels (15 μm) were made by the grinding method on zirconia block, where the width of the mixing channels is limited by the thickness of a circular grindstone (15 μm). Therefore, a fabrication method of the mixing channels was improved; a mixing channel of 5-μm depth was fabricated by the milling to thin plate made by anticorrosive metal (Hastelloy). Ultrafine microfluidic reactor with a multilaminar flow arrangement was developed by stacking the thin plates with a micro-channel (5 μm). Pressure drop of the microfluidic reactor was decreased by smoothing the surface of micro-channels and outlet surface of the stacked micro-channels. In addition, high-pressure liquid pumps instead of typical syringe pumps enable smooth operation of the reactor for wet-chemical synthesis of metal nanoclusters. The stacking method enables high-degree of multi-laminar, which was twice as the former microreactor.</p> <p>Performance of the 5-μm microfluidic reactor was tested for a synthesis of polymer-stabilized gold (Au) nanoclusters. The new reactor improves a selectivity of the smallest Au nanoclusters with 20 Au atoms by several times from the former microreactors. The new reactor also enables syntheses of fine smallest (~ 1 nm) platinum and palladium nanoclusters stabilized with polymer, which have not been synthesized by a conventional batch reactors.</p>						
3. 本研究課題に関する発表						
発表者氏名 (著者・講演者)	発表課題名 (著書名・演題)	発表学術誌名 (著書発行所・講演学会)	学術誌発行年月 (著書発行年月・講演年月)			
角山寛規、小森将史、江口豊明、中嶋敦	Hydrogen evolution reaction by Size-selected Platinum Nanoclusters Supported on Strontium Titanate	ISSPIC 19	2018年8月			
家壽英里子、角山寛規、田中克敏、中嶋敦	Fine synthesis of gold-palladium alloy nanoclusters by using microfluidic reactor	ASNN2018	2018年6月			