

# ナノナノマテリア作製実験室 超臨界流体実験装置 ～ナノマテリアを創る～

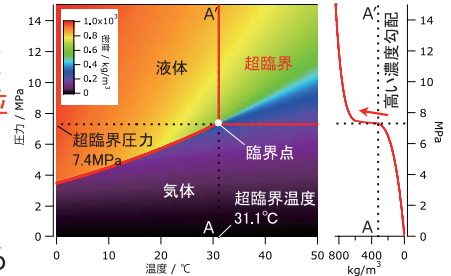
## 機器の概略

流体はある程度高温高圧になると気体、液体間の相変化がなくなります。これは**超臨界流体**と呼ばれ、**液体並みの密度と気体並みの拡散速度**により大きな溶解力、分解力を発揮します。

このうち二酸化炭素は比較的低い臨界温度と臨界圧力を持つ、大変手軽で無害な超臨界流体です。溶媒としての性質はヘキサンに近い無極性溶媒ですが、極性溶媒(エントレーナー)を加えることで、溶媒としての性質を変化させることが可能です。

本装置は圧力容器内の温度、圧力を自由に制御し、二酸化炭素の超臨界状態を作り出します。二酸化炭素は容器内で試料のナノオーダーの隙間にくまなく浸潤し、溶質を運び去ったり、物質の分解、合成を助けるなどの作用を及ぼします。

また、減圧過程では気液界面の消失により表面張力が発生しないため、ウェット処理で作製したナノオーダーの微細構造を非破壊で乾燥させることができます。



二酸化炭素の相図



装置外観

## 仕様

日本分光製、超臨界CO<sub>2</sub>実験装置

温度制御範囲：-50～450°C

圧力制御範囲：3～50MPa

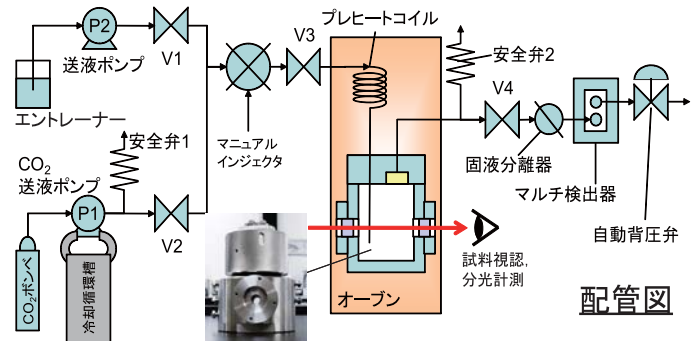
流量設定範囲：0.001～10 mL/min(Entrainer)  
0.001～20 mL/min(CO<sub>2</sub>)

吸光度測定波長範囲：200～900nm

圧力容器：常用圧力25MPa(最大30MPa)

容量50cc, 10cc, 最高温度200°C

窓径10φ(パイレックス)

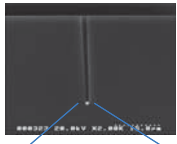


配管図

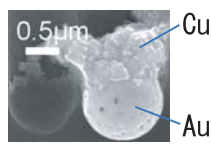
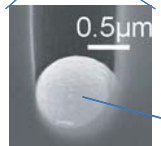
## 超臨界流体の使用例

### マイクロ・ナノ細孔への銅の充填：

シリコン上に穿孔した細孔中に、銅錯体を拡散、還元させ、細孔内部に銅の付着を確認しました。



超臨界流体CO<sub>2</sub>により、細孔深部まで錯体が侵入。+錯体の還元反応を促進



H19年度 産学リエゾンPAL教育訓練プログラムにて  
李佳龍, 津留親佑, 松村道雄, 池田茂  
『金粒子触媒を利用したシリコンへのマイクロ孔の形成と孔への銅の充填』  
電気化学会第75回大会, 3F32, 2008/3/29- 31 山梨大学

### 超臨界乾燥：

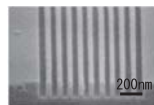
超臨界流体は減圧過程において、気液界面による表面張力が生じません。この性質を利用して、ウェット環境で作製されたナノ構造を圧壊させることなく乾燥させることができます。

### 高アスペクト構造物の作製

ウェット処理で作製した高アスペクト構造物も、超臨界乾燥により壊すことなく作製することができます。



通常の乾燥過程

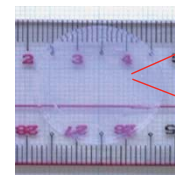


超臨界乾燥法

生津英夫, 表面技術, 56(2), 92-97(2005)

### エアロゲルの作製

ウェットゲルを中の液体を超臨界流体で流し去り、乾燥することにより、エアロゲルを作ります。低密度、高強度、高断熱の不思議な素材です。



シリカ(SiO<sub>2</sub>)骨格  
エアロゲルの構造

提供：パナソニック