

# 非対称フローFFFとMALSによる煤および土壤中のカーボンナノチューブの検出

Alexander Gogos <sup>(a,c)</sup>, Ralf Kaegi <sup>(b)</sup>, Renato Zenobi <sup>(c)</sup>, Thomas D. Bucheli <sup>(a)</sup>

<sup>(a)</sup> Agroscope, 8046 Zürich, CH; <sup>(b)</sup> EAWAG, 8600 Dübendorf, CH; <sup>(c)</sup> ETH Zürich, Department of Chemistry and Applied Biosciences, 8093 Zürich, CH

## 一般情報

ID0037

アプリケーション：環境

テクノロジー：AF4-UV-MALS

機器構成：AF2000 MT、PN3621 MALS、PN3241 UV-Vis/DAD

キーワード：非対称フローFFF、MALS、カーボンナノチューブ、形状係数

## はじめに

土壤サンプル中の多層カーボンナノチューブ(MWCNT)を評価し、定量化する方法は現在のところほとんどありません。測定方法によっては定量結果が土壤や堆積物に遍在する煤によって左右される可能性があります。MWCNTと煤は物理的にも化学的にも非常に類似しているため、熱安定性または密度から区別することは非常に困難です。ただし、煤とMWCNTの形状パラメーターは対照的である可能性があります。したがって、AF4-MALS測定から得られた形状係数 $\rho$ でこれらのマトリックス中のMWCNTを検出可能か評価しました[1]。

## 煤中のMWCNT検出

AF4-MALSの形状判別能力を評価するために、さまざまな形状の粒子(MWCNT、煤、土壤中粒子)を測定しました。測定方法は、サンプル(粒子粉末、乾燥土壤)を2%デオキシコール酸ナトリウム/0.05%アジ化ナトリウムに分散させ、超音波処理し、17.5 gを10分間遠心分離しました。次に、容量の半分の上清をサンプルとして測定しました。AF4の移動相として、5-10M硝酸アンモニウム/0.02%アジ化ナトリウムを使用しました。流体力学的半径( $R_h$ )の測定は、標準ラテックスによるサイズと保持時間の構成曲線を使用しました。回転半径( $R_g$ )はPN3621 21角度MALS検出器を使用しました。両方のパラメーターを組み合わせて、形状係数 $\rho = R_g / R_h$ を算出しました。煤は、ピーク(図1)全体で比較的均一な形状係数 $\rho$ を示し、平均値は約0.9でした。形状係数が $\rho > 0.775$ の為、煤の分散が球状ではなくフラクタル状に凝集していることが予想されます。これらの結果は、自動電子顕微鏡および画像分析を使用して確認できます (Gogos et al2014を参照)。

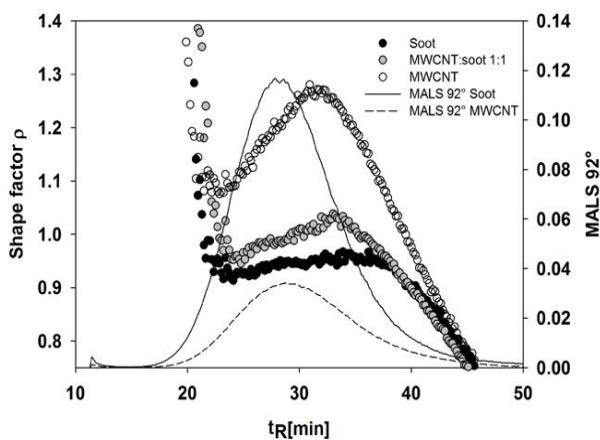


図1：MWCNT、煤、および両方の混合物(1:1)の形状係数 $\rho$ とMALS92°の信号強度

## 土壤内MWCNTの検出

土壤は煤に匹敵する $\rho$ 分布(約0.9)を示しました。(図2)MWCNTを加えると、濃度に応じて $\rho$ 値が増加しました。土壤中のMWCNTの検出限界は、 $1.6\sim4\text{ mg g}^{-1}$ のオーダーでした。

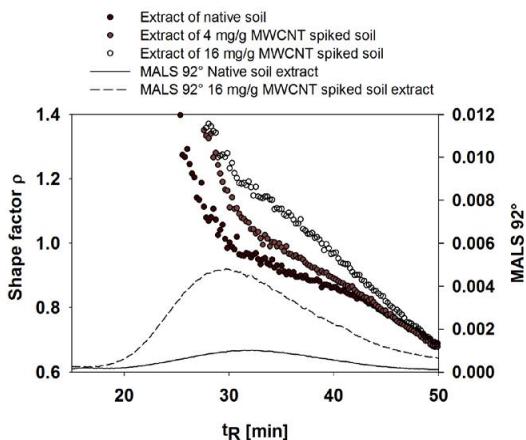


図2：標準MWCNTを加えた土壤の形状係数 $\rho$

土壤（線）および土壤+ $16\text{ mg g}^{-1}$  MWCNT（点線）のMALS92°の信号強度

## まとめ

- 時間の経過に伴う $R_g$ 値と $R_h$ 値から形状係数 $\rho$ を求めてことで、MWCNTと煤の区別が可能になります。
- 形状係数 $\rho$ の増加は、混合物中のMWCNTと煤の比率に依存します。つまり、 $\rho$ は濃度に依存します。
- 抽出された土壤粒子は、 $\rho$ に関してMWCNTと対照的である為、複雑なマトリックス中のMWCNTの検出が可能です。

## 参考文献

- [1] Gogos, A., Kaegi, R., Zenobi, R. and Bucheli, T. D., Environmental Science: Nano, 2014, 6(1), 584-594.