



樹脂粒子の小角 X 線散乱測定

山口剛男 ,山形卓 ,岩田周行,
(株)リコー

キーワード : SAXS, 粒子, 粒径分布

1. 背景と研究目的

100nm 程度の粒子の大きさは、走査型電子顕微鏡(SEM)などを用いて観察することができる。しかし、粒子が液体中にある場合、液体中の粒子の大きさを SEM で観察することは難しい。小角 X 線散乱(SAXS)は、粒子からの散乱 X 線の強度を解析することで、液体中の粒子の粒径や分布を求めることができる。一方で、樹脂は、液体の種類によって、膨潤することがある¹⁾。ここでは、市販の樹脂粒子、PMMA(Polymethyl methacrylate)粒子を用いて、SAXS により、液体中で膨潤による大きさの変化を調べることを目的とした。

2. 実験内容

SAXS の測定条件は、カメラ長 4m、波長 0.92Å で、散乱 X 線強度はリガク製 R-AXIS の IP(イメージングプレート)で検出した。試料は綜研化学製(MP-1451)の PMMA の樹脂粒子を用いた。粒子は PE(ポリエチレン)製の袋に密封した。また、水と粒子、エタノールと粒子を袋に入れて密封した試料も測定用に準備した

3. 結果および考察

測定によって得られた SAXS プロファイルを図 1 に示す。図のプロファイルは、容器の散乱を取り除いて得られたものである。プロファイルに見られる振動の周期は、粒子の大きさ(径)によって変るため、とくにエタノール中のものは、大気中のものから大きく変化していることが判る。さらにエタノール中のものは、周期が短くなっているため、粒径が大きい方に変化していることが明瞭に判る。

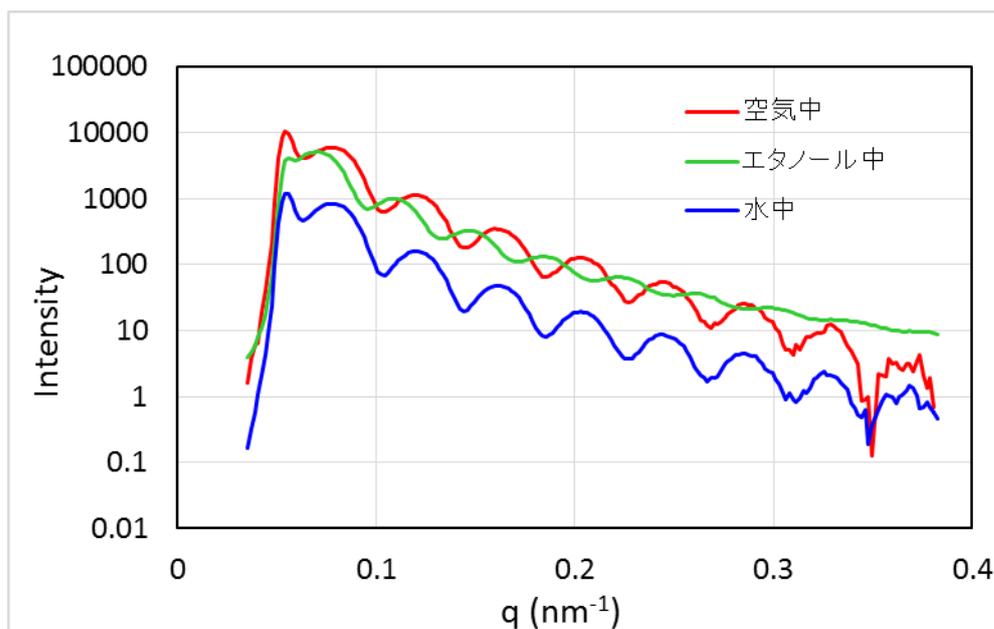


図 1 各試料の SAXS プロファイル

さらに、Bruker 製のソフト「nano-Fit」を用いて、SAXS のプロファイルのフィティング解析を行って粒径分布に変換した。形状因子は球を使い、Schulz-Zimm(シュルツ・ジム)分布関数を用いた。図 2 に得られた粒径分布を示す。大気中では半径 75 nm にピークが観察されるが、水中では 76 nm とごくわずかに変化した。一方、エタノール中では SAXS プロファイルから予測できたように、ピークは 82 nm と大きくなっていることが判った。標準偏差を求めると、大気中では、 $\sigma=30$ nm であったが、エタノール中では分布が広がり、 $\sigma=47$ nm になっていた。

このように、SAXS は試料周りの雰囲気気液に関わらず粒径分布が容易に測定でき、樹脂のように膨潤が生じて大きさが変化する粒子を評価するのに適した手法であることが判った。

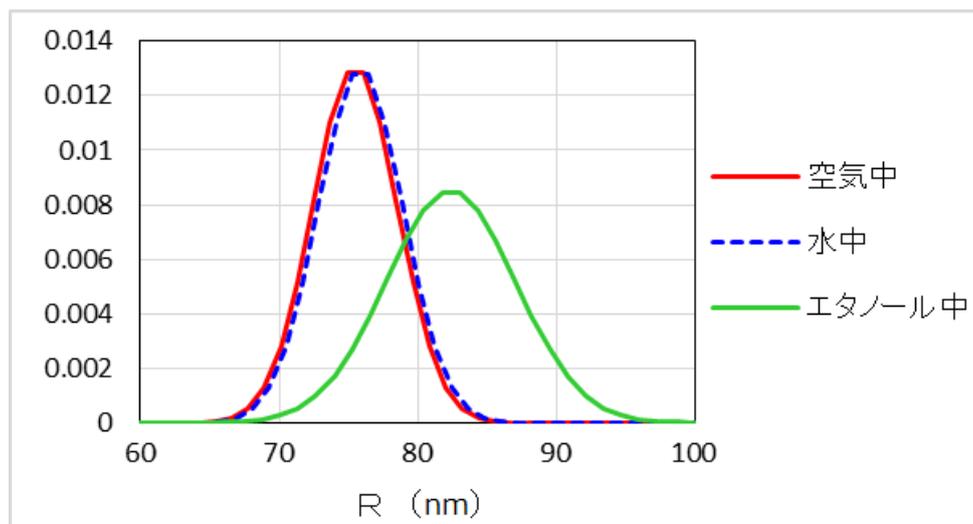


図 2 各試料の粒径分布

4. 参考文献

1. 新, 藤井, 山崎, 日野, 森田, 田中: 高分子論文集 68,608-615 (2011).