



## 小角散乱法によるゾルゲル反応のその場観察 3

山本勝宏

名古屋工業大学大学院 工学研究科

キーワード：小角散乱，ゾルゲル反応，その場観察

### 1. 背景と研究目的

ゾルゲル反応を利用した微粒子の合成、およびその凝集体の構造解析、特に反応後の最終構造の観測に走査型電子顕微鏡観察がよく用いられる。顕微鏡観察は、直感的に理解しやすく、有効な手段である。一方、電子顕微鏡観察は、反応途中の観測は特殊環境、あるいは特殊な系を除けばほぼ不可能といつてよい。一方、小角散乱法は、その場観察にとっても適しており、溶液のゾル状態から、反応が進行し、固体状態に至るまで観測が可能である。本実験では、シリカ微粒子のゾルゲル合成過程を小角散乱法で観測し、最終的には構造形成（形やサイズ）に何が影響をもたらすのかを明らかにする。

### 2. 実験内容

ゾルゲル反応の反応時間と観察可能な濃度などの最適化を行うために、実際のシリカ微粒子の濃度違いおよび溶媒違いについて評価した。カメラ長 4m、X 線波長 0.092nm とした。検出器は Pilatus 1K を 2 台並べて用いた。反応溶媒は、イソプロパノール (IPA) と (プロピレングリコールモノメチルエーテル) PGME の 2 種類を用いた。

### 3. 結果および考察

図 1 左及び右にそれぞれ、IPA 中および PGME 中で反応させたシリカ微粒子の濃度違いで成長させた溶液からの SAXS プロファイルを示す。0.03wt%でも十分な散乱強度が得られることが分かる。さらに IPA の場合は、0.3wt%まではほぼ孤立粒子のシリカが生成しているが、3wt%では粒子間の干渉ピークが観察される( $q=0.1\text{nm}^{-1}$  近傍)。一方、PGME では、IPA の場合に比べると低濃度での散乱プロファイルが小角側で若干異なる。単純な球状微粒子ではない可能性が示唆された。つまり、楕円体や針状、棒状微粒子の可能性も考えられる。粒子間干渉効果が明確に表れる濃度は同じく 3wt%程度である。形状の詳細な解析はより小角側の散乱データの取得、あるいは電子顕微鏡観察との比較などが必要であるが、微粒子のモデルを立てて、散乱プロファイルを再現する試みも同時に進めていく予定である。

