



小角散乱法によるゾルゲル反応のその場観察 2

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っている。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、ジルコニア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

ゾルゲル反応で作成したジルコニア微粒子の分散液について基礎データを得るため分散液の濃度依存性を評価した。カメラ長 4 m、X 線波長 0.092 nm とした。検出器は Pilatus 1K を 2 台並べて用いた。初期のジルコニア分散液は、分散媒として、プロピレングリコールモノメチルエーテル (PGME) とメタノールの混合溶液を用いた。ジルコニア粒子濃度は 30wt% を用いた。次いで、この分散液を PGME で希釈し、0.3wt% から 0.003wt% の分散液を調整し小角散乱測定を行った。

3. 結果および考察

図 1 に、濃度の異なるジルコニアナノ粒子の分散溶液からの散乱を示す。濃度の増大に伴って散乱強度の増加がみられる。0.006wt% のみプロファイルの形状が異なるが、これは実験の不手際であると考えている。ある q ($q = 0.065 \text{ nm}^{-1}$) での散乱強度を見積もると図 2 の挿入図に示す通り、傾き 1 で濃度に比例し、濃度上昇で構造が変化するものではないことを示すものである。図 2 の SAXS プロファイルは濃度で除したプロファイルを示しており、小角側の散乱プロファイルはほぼ一致することが分かる。この濃度範囲ではジルコニアナノ粒子の更なる凝集は起こっていないことが確認できた。広角側のずれは、溶媒による散乱の寄与が大きく出ているのではないかとと思われる。

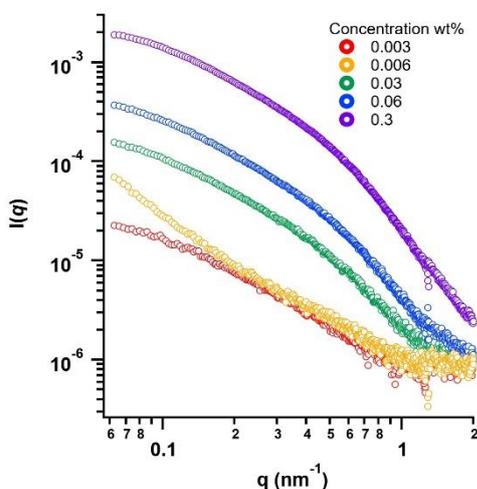


Figure 1. SAXS profiles of Zirconia nanoparticles in solvent

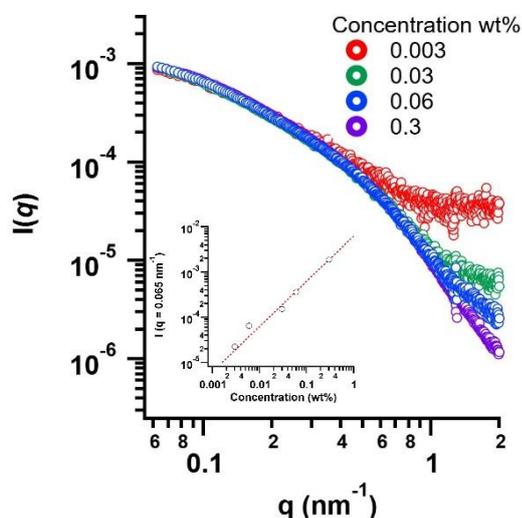


Figure 2. SAXS intensity vs concentration.