



小角散乱法による溶媒分散微粒子の構造解析

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，ナノ粒子，ベントナイト

1. 背景と研究目的

高分子材料に無機ナノ粒子を分散させ、材料の力学特性を向上させる試みは古くからよく用いられる。微粒子には、カーボンブラックをはじめ、シリカ微粒子、粘土鉱物など多岐にわたる。今期の実験ではベントナイト鉱物（層状構造を有する）を水に分散させ、低分子を層間に挿入させる（インターカレーション）ことによって、層状鉱物が剥離していく様子を時間経過とともに観測する。

2. 実験内容

ベントナイトを 0.2~2.0wt% の水分散溶液を作成する。はじめは沈殿した状態となるが、マグネチックスターラーチップを入れ、攪拌すると、徐々に分散していく。分散溶液を石英キャピラリーに所定の時間ごとに移しとり、小角 X 線散乱測定を行った。小角散乱測定は BL8S3 カメラ長約 4 m、X 線波長 0.092 nm、検出器 PILATUS 100K でデータを取得した。二次元データは円環平均により一次元プロファイルを得た。

3. 結果および考察

Figure 1 に得られた小角散乱プロファイルを示す。散乱プロファイルは単調に減少する形を示すが、散乱強度は散乱ベクトル q の-2 乗に比例して減少している。つまり板状の散乱体が存在していることを示すものである。散乱ベクトル $q = 2 \text{ nm}^{-1}$ 以上のあたりはバックグラウンドの強度と同レベルになるため、厚み情報を得るには厳しい条件であった。小角側は $q \sim 0.06$ 近傍までべき乗則として-2 が観測されているので、観測長さスケールにおいては攪拌を行っても十分に大きな板状形状（数 100nm）を保っていることを示している。散乱強度は攪拌時間に伴い上昇し 4 時間程度で頭うちとなった。散乱プロファイルはほぼ時間依存性がないので、粒子は孤立した状態で分散していると考えている。中角から広角側の散乱も同時に測定し、層状構造の層間距離変化あるいは散乱強度変化も併せて取っていく計画を立てる。またさらに濃度を増やした状態にし、微粒子の厚みの情報も得たいと考えている。

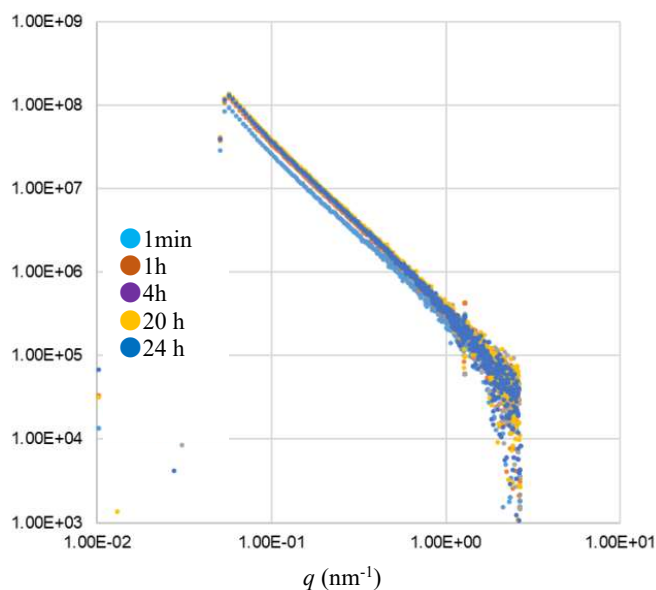
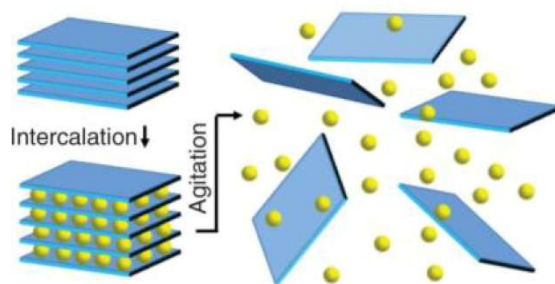


Figure 1. Schematic illustration of bentonite particles. Bottom indicates SAXS Profiles of the bentonite particles dispersed in water