

## 研究 成 果

<p>サブテーマ名：1-3 溶液中のナノ粒子の微細構造解析 (せん断流動場における溶液の粒子凝集体構造の動的観察及び構造解析)</p>
<p>サブテームリーダー(所属、職名、氏名) 放射光ナノテク研究所 (コア研究室) 松井 純爾</p> <p>研究従事者(所属、職名、氏名) 放射光ナノテク研究所 (コア研究室) 李 雷 放射光ナノテク研究所 (コア研究室) 桑本 滋生 放射光ナノテク研究所 (コア研究室) 横山 和司 放射光ナノテク研究所 (コア研究室) 漆原 良昌</p>
<p>研究の概要、新規性及び目標</p> <p>①研究の概要</p> <p>ナノ粒子分散技術は、インク、塗料、化粧品をはじめとする様々な製品で応用されており、ナノコンポジット材料を開発する上で必須の技術である。また機能性材料開発においては、ナノ粒子分散液のレオロジー特性も重要な役割を担っている。一般に、分散系は一見安定に見えても、時間の経過とともに分散粒子は凝集・沈降する。このような経時変化は分散粒子の分散・凝集などの系の内部構造に深く関わっており、分散系のレオロジーとして非常に重要となってくる。</p> <p>分散系では、分散粒子の持つ因子(固体密度・固体体積分率・粒子径分布・粒子形状など)と固液界面の特性(界面張力・界面電位・媒体との相互作用など)がレオロジー特性に大きく影響する。また同じ粒子-媒体系でも、粒子の分散状態によってレオロジー特性は著しく影響される。しかしながら、ナノ粒子分散液の構造とレオロジー特性との関係は、物性データに基づく定性的な理論分析が主であるために不明瞭な点が多い。そこで本研究では、放射光小角 X 線散乱法(SAXS)に用いて、せん断流動場におけるシリカ粒子分散液の構造を定量的に評価し、分散液中でナノ粒子が形成する構造とレオロジー特性との相関性を解明することを目的とした。</p> <p>②研究の独自性・新規性</p> <p>SAXSはナノメートルオーダーの構造情報評価・解析が行える手法であり、ナノ材料分野において強力なツールの一つとなっている。本研究では、他の従来分析法(ラボレベル)では評価が困難であった高濃度ナノ粒子溶液を研究対象とし、せん断流動場における溶液中ナノ粒子構造および変化の評価を行っており、SPring8の高輝度光・高精度測定でなければ不可能な研究であることから、他ではできない独自性の高い研究である。</p> <p>③研究の目標(フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に)</p> <p>フェーズ I : SAXSによる高濃度ナノ粒子分散液中におけるナノ粒子構造の<i>in situ</i>観察 フェーズ II : ナノ粒子凝集構造モデルによる実験データの解析、および得られた構造とレオロジー特性相関性の比較検討</p>
<p>研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して)</p> <p>フェーズ I : SAXSによる高濃度ナノ粒子分散液中におけるナノ粒子構造の<i>in situ</i>観察(目標達成)</p> <p>分散液中の粒子濃度と粒子が形成する凝集構造の関係を検討した。SAXS測定用の加熱せん断ステージを整備し、せん断流動場における構造変化の挙動の構造変化を評価した。その結果、シリカ粒子分散液の散乱曲線の小角領域にせん断速度の増加に伴う変化が観測された。</p> <p>フェーズ II : ナノ粒子凝集構造モデルによる実験データの解析、および得られた構造とレオロジー特性相関性の比較検討(目標達成)</p> <p>パラクリスタル理論によるモデルフィッティング解析を行った。その結果、せん断応力により、シリカ粒子分散液中でシリカ粒子が形成するクラスターのサイズ減少と分散液のレオロジー特性関係があることが判明した。(国内学会、国際学会発表、Proceeding 1部)</p>
<p>主な成果</p> <p>具体的な成果内容：</p> <p>直径約 100 nm の球状シリカ粒子をイオン交換水に分散させた凝集性分散液を研究対象とした。実験は SPring8 BL08B2 SAXS ステーションにて行った。凝集性分散液の SAXS データは粒子の形状を反映した散乱に加えて、小角領域にピークあるいはショルダーが観察された。コロイド粒子は</p>

溶液中で規則的な構造を形作ることが報告されており、現れたピークやショルダーは、シリカ粒子の粒子間干渉、すなわち分散液中でナノ粒子が形成した構造に対応していた。せん断セルを使用し、せん断応力下での SAXS データを取得したところ、せん断応力下において、凝集構造反映したピークに変化が生じていることが明らかとなった。詳細な凝集構造の解析は、パラクリスタル理論による構造因子のモデルフィッティングから評価を行った。モデルフィッティングにより、せん断速度の増加によりクラスターサイズが減少し、粒子間の距離が短くなる現象が生じていることが明らかとなった。一般に固液分散系スラリーは剪断速度の増加に伴い、見掛け粘度が減少する現象 (shear-thinning) を示すことが知られている。これまで、その原因はせん断による破壊中にもブラウン凝集や剪断凝集などの凝集が生じるためと推定されてきた。本研究により、凝集構造の観点から定量的に検討した結果、その推定が妥当であることが明らかとなった。

特許件数： 0

論文数： (Proceeding) 1

口頭発表件数： 5

## 研究成果に関する評価

### 1 国内外における水準との対比

現在、放射光を用いたせん断流動場での SAXS 研究は注目され始め、Reo-SAXS という名称が使用されるようになった。したがって本テーマでの検討は、当該分野の最先端的研究と位置付けされる。また、高濃度ナノ粒子分散液の構造を定量的に評価し、レオロジー特性との相関を検討しており、国内外を問わずレオロジー分野において高い研究レベルにあるといえる。

### 2 実用化に向けた波及効果

本研究で開発した評価手法は、分散液のレオロジー特性を解明する上で非常に有効な手法であると考えられる。また、本研究で得られた知見は材料開発に貢献できると考えられる。

## 残された課題と対応方針について

今後、研究対象は幅広く拡大し、本研究で得られた知見をもとに、Reo-SAXS 測定を産業界の製品試料へ適応しを試みる予定である。

	J S T 負担分 (千円)							地域負担分 (千円)							合 計
	15 年度	16 年度	17 年度	18 年度	19 年度	20 年度	小計	15 年度	16 年度	17 年度	18 年度	19 年度	20 年度	小計	
人件費							—							—	—
設備費							—							—	—
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)							—							—	—
旅費							—							—	—
その他							—							—	—
小 計							—							—	—

代表的な設備名と仕様 [既存 (事業開始前) の設備含む]

J S T 負担による設備：

地域負担による設備：