

# 小角 X 線散乱による無機・有機複合体ナノ粒子の構造評価

## 1. はじめに

異種素材をナノレベルで複合化させたナノコンポジットは、特異な性質を発現しうる新素材として注目を集めています。これらナノコンポジット材料を設計・作製していく上で必要不可欠な構造評価方法の一つに小角 X 線散乱法があります。

X線を物質に入射すると、それを構成している各々の原子のもつ電子雲により一部が散乱されます。散乱角の小さい範囲(1°~10°程度)からは、数 nm~数百 nm の空間レベルの情報を得ることができます。これを利用した構造評価が、小角 X 線散乱のプロファイルでは散乱角の代わりに一般に散乱ベクトル  $q$  が用いられます。 $q$  は

$$q = (4\pi / \lambda) \sin \theta \quad \dots \dots (1)$$

( $\lambda$ : 管球 X 線波長、Cu で 0.154nm) で表されます。 $q$  の小さな領域はギニエ(Gunier)領域、大きな領域はポロド(Porod)領域と呼ばれ、前者からはより大きな空間的情報、粒子分散状態や長周期構造、後者からはより小さな領域の情報、高分子の重合状態、分散粒子の表面形状、蛋白質の構造解析等を得ることができます。

ここでは、この小角 X 線散乱を用いた「無機・有機ナノ複合体耐衝撃性ハードコート」のナノ粒子構造評価例について紹介します。

## 2. 測定結果及びナノ粒子解析

図1に無機・有機耐衝撃性ハードコート試

料の小角 X 線散乱プロファイルを示します。今回は粒子径の評価を行うため、チタニア分散試料とマトリックス単独試料の測定を行い、前者から後者を差し引くことにより、粒子正味のプロファイルを得ることとしました(図1)。

小角 X 線散乱において粒子解析を行う場合、ギニエプロットが用いられます。粒径分布が比較的小さく、マトリックス中で粒子同士の相互作用が小さい場合、散乱強度  $I(q)$  は(2)式で表されます。

$$I(q) = I(0) \exp(-q^2 R_g^2 / 3) \dots \dots (2)$$

( $R_g$ : 粒子の慣性半径)

この式はギニエの法則と呼ばれ、 $q^2$  に対し散乱強度  $I(q)$  をプロットした場合、その傾きから  $R_g$  の大きさが求まります。

図2に、プロファイルのギニエプロットを示します。 $q^2 < 0.02$  の直線領域の傾きから、(2)式より  $R_g = 13.7\text{nm}$  となります。粒子が球状の場合、その実半径  $R$  とは  $R = R_g \times (5/3)^{1/2}$  の関係があることより、 $R = 17.7\text{nm}$  と求まります。

試料作製に使用したチタニアコロイドの粒子径のカタログ値は 20~30nm となっており、本解析値はこれよりは若干大きい値(35.4nm)が得られましたが、オーダーとしては一致しています。透過電顕観察等他の分析手法と併用することにより精度の向上を図ることができます。以上より、小角 X 線散乱測定は、有用なナノ構造解析法の一つとなりうると考えられます。

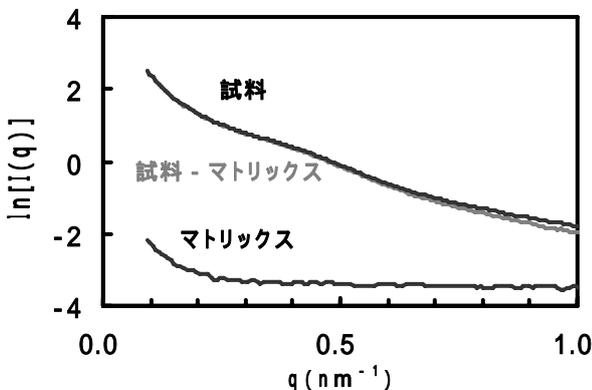


図1 小角 X 線散乱プロファイル

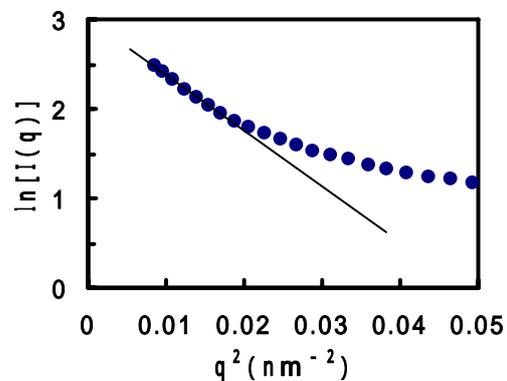


図2 ギニエプロット



工業技術部 材料技術室 行木啓記 (0566-24-1841)

研究テーマ: 無機・有機ナノ複合体による耐衝撃性ハードコートの開発研究

担当分野: 無機材料、無機・有機複合体材料