

小角 X 線散乱および小角中性子散乱法によるナノシートコロイドの観察

○山口大輔¹, 宮元展義², 藤田貴子³, 中戸晃之³, 小泉智¹, 太田昇⁴, 八木直人⁴, 橋本竹治¹
¹原子力機構, ²福岡工大, ³東京農工大院 BASE, ⁴SPring-8

1. 緒言 板状粒子のコロイドの研究の歴史は古く、20 世紀の初期にまで遡る[1]。様々な物質系において研究の蓄積がなされており、粘土鉱物は代表的な例の一つである[2]。しかしなお完全な理解が得られているとは言い難く、近年板状粒子の形状を精密に制御した系で形成される液晶構造に再び注目が集まっている。板状粒子の場合、球状とは異なり粒子自体が異方性を備えているため、配向により多様な液晶を自己組織化することが可能である。中戸・宮元らは、光触媒反応を示す機能物質としてよく知られている層状ニオブ酸化物 $K_4Nb_6O_{17}$ の単結晶が極めて大きな異方性を保持したまま、単位層に剥離しうることを発見した[3]。単位層は厚みが約 1.8nm であるのに対して、面内方向の広がり（粒径）が数 μm にも及び、極めて薄いシート状とみなせるため、ナノシートと呼ばれる。また超音波によってナノシートを破碎するという操作により粒径を 100nm から数 μm の範囲で制御することができる[3]。本発表では粒子のアスペクト比（粒径/厚みの比）の変化が、ナノシートコロイドの液晶構造に及ぼす影響を小角散乱法により同定した結果について示す。

2. 実験 $K_4Nb_6O_{17} \cdot 3H_2O$ の単結晶を $C_3H_7NH_3Cl$ の 0.2M 水溶液中 120°C で 1 週間密閉保温して反応させた後、蒸留水で洗浄した。この操作により $[Nb_6O_{17}]^+$ の層間に存在していた K^+ の一部が剥離剤である $C_3H_7NH_3^+$ に置き換わるため、ナノシートがコロイドとして水中で安定に存在する。その後、水中に分散させた状態で超音波処理を行い、平均粒径 (L) が $L = 0.98, 0.65$ (μm) と異なるナノシートを作製し、目標とするナノシートの体積分率 (ϕ) を有するコロイドを調製した。コロイドの構造を同定するために小角散乱測定を研究用原子炉 (JRR-3) の SANS-J-II、および大型放射光施設、SPring-8 の BL40XU で行なった。

3. 結果 $L = 0.98, 0.65$ で $\phi = 0.01$ に調製したコロイドを 2 枚の偏光板の間に置き、目視観察した結果を図 1(a), (b) に示す。文献[3]において既に見出されているように、ナノシートコロイドはある ϕ において液晶相等方相に相分離し、 $L = 0.98, 0.65$ の試料は共に相分離した状態にある。この相分離に対するナノシートの沈降の影響は当日詳細に議論したい。また $L = 0.98, 0.65$ の試料が示す液晶相・等方相の典型的な散乱パターンとその 1 次元プロファイルを示す図 1(c)-(h) に示す。 $L = 0.98$ の場合、液晶相は強い配向を示すものの、明確なシート間距離を示唆する鋭いピークは観察されない。一方、 $L = 0.65$ ではシートが等間隔に並んだときに現れる鋭いピークが観察された。このことは、 L の 0.98 から 0.65 への変化に伴い、形成される液晶がネマチックから層状構造に変化したことを示唆する。

【文献】

- [1] H. Zocher, Z. Anorg. Allg. Chem. 147 (1925) 91.
[2] H. van Olphen, An Introduction to Clay Colloid Chemistry, 2nd ed.; John Wiley and Sons: New York, 1977.
[3] N. Miyamoto, T. Nakato, J. Phys. Chem. B 108 (2004) 6152.

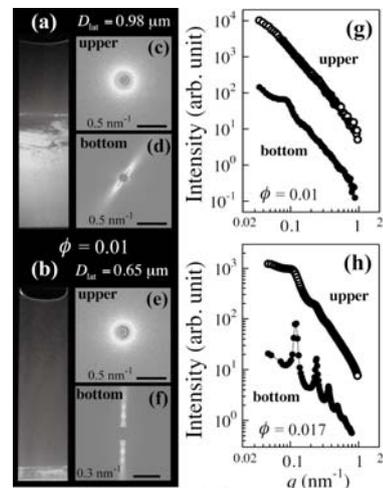


図1 異なる D_{lat} を有するナノシートコロイドの液晶相/等方相共存状態