

課題名	超微細顔料分散液中の顔料近傍の各成分の相互作用解析 Analysis of the Interaction of Components Existing in the Neighborhood of the Pigment in the Dispersion Liquid Using Ultrafine Pigments	
実験代表者;篠崎 俊介	所属;株式会社DNPファインケミカル	

背景;インクでは、顔料等がマトリクス中に安定に分散していることが求められる。数十nmの超微細顔料を用いたインクでは分散状態をペーパークロマトグラフィ、NMR、レオロジー、TEM などの間接的な手法により評価している。分散状態を支配している顔料と分散剤・樹脂・溶剤の相互作用を明らかにするには、より直接的な観察が必要となっている。

中性子実験の必要性; 本提案研究の測定対象である青色顔料は銅を含んでおり、X線小角散乱では注目している樹脂および分散剤の散乱の観測が困難である。一方、中性子小角散乱では、樹脂および分散剤の情報が得られることが期待できる。さらに、溶媒に重水素化溶媒を用いることで樹脂および分散剤とのコントラストを調整した実験が可能であるため、より詳細に分散剤・樹脂の構造を解析することができると期待される。

試料;表1に示した5種類の青色顔料10%、分散剤、バインダ(全試料共通)、溶媒から成る試料を用いた。

実験;表1に示した5試料の他、溶媒のみ、およびブランクをBL15で測定した。高角領域は非干渉性散乱の影響で解析可能なデータが得られなかったため、低角バンクから得られたデータのみを用い解析した。

表1. 本課題で用いた試料

	青色顔料	分散剤	溶媒
①	粒子径大表面未処理	ウレタン系ポリマー	通常溶媒
②	粒子径大表面未処理	ウレタン系ポリマー	重水素化溶媒
③	粒子径小表面処理有	アクリル系ポリマー(b)	通常溶媒
④	粒子径小表面処理有	アクリル系ポリマー(b)	重水素化溶媒
⑤	粒子径小表面処理有	アクリル系ポリマー(c)	重水素化溶媒

結果;得られた中性子小角散乱(SANS)プロファイルを図1に示した。同一顔料試料(①と②、③と④)では類似したプロファイルが得られ、軽水素溶媒を用いた試料では重水素化溶媒の試料に比べて強い散乱強度が得られた。このことは顔料成分の散乱強度と軽水素溶媒散乱強度との差が、重水素化溶媒との差に比較して大きかったことを示唆している。

また、①と③および②と④の比較では、顔料の大きさの違いを反映した結果が得られた。0.015 Å⁻¹ < q < 0.1 Å⁻¹の範囲で全てのスペクトルの散乱強度はほぼq⁻⁴に従って変化していた。ギニエプロットによる解析から求められた回転半径(R_g)を用い、ギニエ近似; R_g²=(3/5)R²により算出した粒子径(R)を表2に示した。表2にはX線小角散乱(SAXS)装置を用い同様な解析から得られた結果、およびTEM観察から得られた値も同時に示した。TEM観察の値は、SANSおよびSAXS測定試料と同一顔料試料のTEM写真の画像処理により300個の粒子の直径を求めた粒子径の平均値を示した。SANS結果はTEM観察結果とよく一致した。重水素化溶媒の試料のSANSから得られた粒径が、軽水素溶媒試料のSANSおよびTEM観察結果に比較して小さい値となった。しかし、重水素化溶媒試料におけるq⁻⁴からのずれや試料①、②、⑤におけるより小角領域の散乱の影響等、ギニエ近似の妥当性および表2のSANS結果に関して、より詳細な解析が必要である。

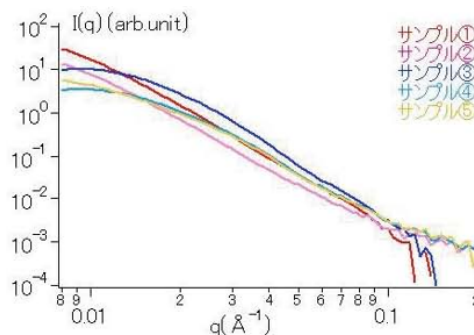


図1. 各サンプルの小角散乱プロファイル

表2. 中性子小角散乱(SANS)、X線小角散乱(SAXS)のギニエプロット、および透過電子顕微鏡(TEM)観察画像処理により求めた青色顔料の粒子径

	粒子径/nm			
	SANS	TEM	SAXS	TEM
①	49.6	50.0	49.7	49.3
②	48.3	50.9	----	----
③	29.4	29.5	27.5	30.2
④	26.3	29.2	----	----
⑤	34.2	30.1	37.8	29.2

考察;試料表面処理をしていない試料①ではSANS、SAXSおよびTEM観察から得られた値がほぼ一致していた。これは顔料表面への分散剤などの有機分子による界面層がほとんど形成されず顔料粒子のみの分散を反映したプロファイルが得られたと推測される。一方表面処理を施した試料③では、SANSおよびTEM観察より得られた値と比較してSAXSからは小さい粒子径の値が得られた。これは表面処理された顔料表面に分散剤等による界面層が生成していることを示唆している。

重水素化溶媒を用いた際の軽水素溶媒およびTEM観察結果との差異に関しては、散乱長の差による観察対象の違いを反映していると推測されるが今後の検討が必要である。また、試料⑤におけるSANS、SAXS、TEM観察結果の違いの原因は不明であり、検討が必要である。

本実験においてSANSでは分散剤や樹脂を含む構造を反映していることが確認されたが、それらが形成する界面構造の解析までは出来なかった。今後、顔料濃度等が異なる試料を用いた実験などによるデータの蓄積とより詳細な解析を継続したい。