

|   |   |
|---|---|
|  <b>MLF Experimental Report</b>  | 提出日 Date of Report<br>2013/07/01  |
| 課題番号 Project No.<br>2013A0189<br>実験課題名 Title of experiment<br>界面活性剤水溶液の疎水性界面への吸着機構に関する中性子<br>反射率測定<br>実験責任者名 Name of principal investigator<br>丹治範文<br>所属 Affiliation<br>花王株式会社 | 装置責任者 Name of responsible person<br>山田 悟史<br>装置名 Name of Instrument/(BL No.)<br>BL16 SOFIA<br>実施日 Date of Experiment<br>2013/05/06-2013/05/09 |

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

|   |
|---|
| <b>1. 試料</b> Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.   |
| 基板：3inchΦ,8mm Si wafer (表面はオクタデシルトリメトキシシランによる疎水化修飾を実施)<br>測定サンプル：H-パルミチン酸、D-パルミチン酸(d <sub>31</sub> )<br>サンプル形態：スピんキャストによる薄膜形成 (5mg/ml のパルミチン酸溶液(クロロホルム:メタノール=2:1)を 2ml 基板にキャストし、1500 もしくは 3000rpm 30s の条件でスピんキャスト)<br>測定環境：大気中、重水中<br>界面活性剤処理：あらかじめ投入されている 7ml の重水から一定量抜き出し、1%D-ドデシル硫酸ナトリウム (SDS) もしくは 1%H-SDS 重水溶液を抜き出した量投入した。0.1%SDS 濃度で測定する場合は 0.7ml、0.3%SDS 濃度で測定する場合は 2.1ml の溶液交換を行った。 |

|  |
|--|
| <b>2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)</b>   |
| Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.  |
| <p>【反射率測定実施条件】 <math>2.0 &lt; \lambda &lt; 8.8 [\text{\AA}]</math> 波長域の中性子線を用い、重水中において入射角 0.3, 0.6, 1.2, 2.5°での反射率測定を行った。また SDS 溶液投入後に入射角 2.5° (<math>2.74 &lt; q &lt; 0.62 [\text{nm}^{-1}]</math>) における反射率を連続測定した。その結果を 600s ごとに時分割し、得られた構造ピークの時間変化を解析した。</p> <p>【結果】 H-パルミチン酸膜(3000rpm で作成)の重水中の反射率解析結果から、パルミチン酸二分子構造に由来する Bragg peak が明確に観察された。一方、フリンジは検出できなかったが、AFM による形状観察からパルミチン酸膜が平滑でないことを確認しており、そのラフネスに起因すると考えられる。</p> <p>次に、重水中の H-パルミチン酸膜(1500rpm で作成)に D-SDS 溶液を作用させた。bragg peak の変化を 600s ごとに分割解析した結果を Fig.1 に示す。0.1%の D-SDS 濃度では bragg peak に変化が無かったのに対し、0.3%濃度では減少傾向が捉えられた。また、この減少傾向は完全に消滅するところまでは到達せず、ある一定強度で停止することも確認された。この bragg peak の減少は、SDS の作用によりパルミチン酸の二分子構造が崩壊することに対応すると考えられる。</p> |

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

さらに H-パルミチン酸膜(3000rpm で作成)に対する 0.1%D-SDS 処理、及び D-パルミチン酸膜(3000rpm で作成)に対する 0.1%H-SDS 処理時の変化を 600s ごとに分割解析した結果を Fig.2 に示す。前者はパルミチン酸、後者は SDS の挙動に注目した解析として実施した。結果、両者とも SDS 処理後に bragg peak よりも小角側の位置にピークの発生が確認された。これはパルミチン酸と SDS が同じ構造内に共存することを示すと考えられ、パルミチン酸膜表面にパルミチン酸/SDS 複合膜が形成されている可能性が推察された。

本検討から、中性子反射率測定によって脂肪酸薄膜に対する界面活性剤作用の時間依存性を解析できる可能性を確認できた。今後、H-パルミチン酸膜に対する H-SDS 処理の検討を加えることで、パルミチン酸と SDS の構造化に関してより明確な情報が得られると期待しており、さらに作用挙動の異なる他の界面活性剤との違いを解析していきたいと考えている。

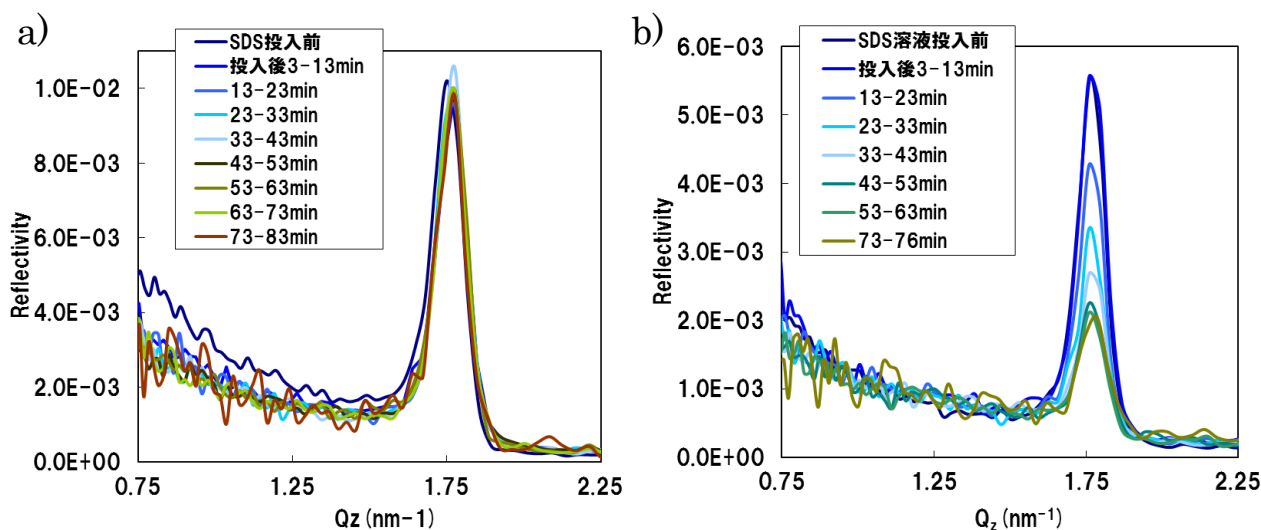


Fig.1 中性子反射率による SDS 作用時の H-パルミチン酸膜由来構造の時間変化解析 (膜形成：1500rpm でスピんキャスト、a: 0.1%D-SDS 処理時、b: 0.3%D-SDS 処理時)

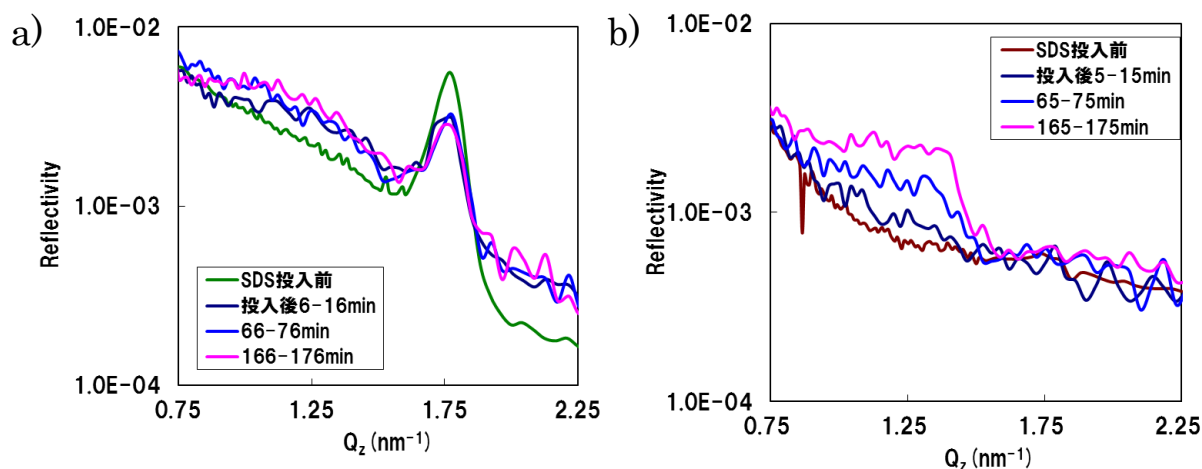


Fig.2 中性子反射率による SDS 作用時のパルミチン酸膜由来構造の時間変化解析 (膜形成：3000rpm でスピんキャスト、a:H-パルミチン酸膜に対する 0.1%D-SDS 処理、b:D-パルミチン酸膜に対する 0.1%H-SDS 処理)