

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2015/1/4 承認者 Approver Jun-ichi Suzuki 提出日 Date of Report 2014/8/8
課題番号 Project No. 2014A0127 実験課題名 Title of experiment 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 実験責任者名 Name of principal investigator 篠崎 俊介 所属 Affiliation (株)DNP ファインケミカル	装置責任者 Name of Instrument scientist 岩瀬 裕希 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL-15(大観) 実施日 Date of Experiment 2014/6/2-3

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.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.

青顔料、分散剤、バインダー、溶剤からなる顔料分散液 5 点の測定を行った。詳細を表 1 に示す。

サンプル	サンプル情報				
	顔料	顔料配合量	分散剤	バインダー	溶媒
①	A	10%	a	同一	通常
②	A		a		d化
③	B		b		通常
④	B		b		d化
⑤	B		c		d化

表 1. サンプル詳細と物性値

表中、顔料 A は粒径が大きく表面未処理であり、顔料 B は粒径が小さく表面処理されている。分散剤 a はウレタン系ポリマー(MW:約 5,000)、b、c はアクリル系ポリマー(MW:8,000~9,000)である。溶媒は通常溶媒のほか、当社で重水素置換した溶媒を合成した。その他の条件(バインダーおよび分散条件)は同一である。

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。)

Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

<実験の目的・実験方法>

本実験の目的は、当社が扱っている顔料分散液について、高性能化を検討する際に求められる最も重要な要素のひとつである顔料の分散状態の直接観察を行い、分散状態を決定している要因である顔料分散液の各材料、顔料と分散剤・樹脂・溶剤の相互作用を明らかにすることである。

中性子小角散乱(SANS)では、X線小角散乱(SAXS)と異なり銅と炭素や酸素などの散乱長が同程度であるために、樹脂および分散剤の情報が得られることが期待できると考えられる。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のコントラストを大きくすることができると考えられるため(散乱長密度の計算によれば、顔料に対して約3倍程度のコントラストが得られる。)、より鮮明に分散剤・樹脂の構造を観察することができるかと予測される。

測定は上記に挙げたサンプル5点および溶媒、ブランク等併せて計10点について行った。測定は BL-15(大観)で行った。得られたデータについて、高角領域には非干渉性散乱が観測されるために、小角バンクで得られたデータについて解析を行った。

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

<結果>

各サンプルの散乱プロファイルを示す。①と②、および③と④は溶媒以外は全て同じ材料の顔料分散液であるが、それぞれ類似した散乱プロファイルとなり、どちらも軽溶媒を用いた方が散乱強度は高かった。これは、顔料成分と溶媒のコントラストが軽溶媒を用いた時の方が大きいことに起因すると考えられる。

また、顔料種および分散剤種を変更することで散乱プロファイルが異なり、それぞれの材料の性質を反映する結果が得られた。サンプル①、②(顔料 A)とサンプル③、④(顔料 B)を比較すると、散乱プロファイルは小角領域に差が見られ、これまでに TEM で得られた結果(顔料 A: 粒径が大きく表面処理なし、顔料 B: 粒径小さく表面処理あり)と一致した結果が得られた。

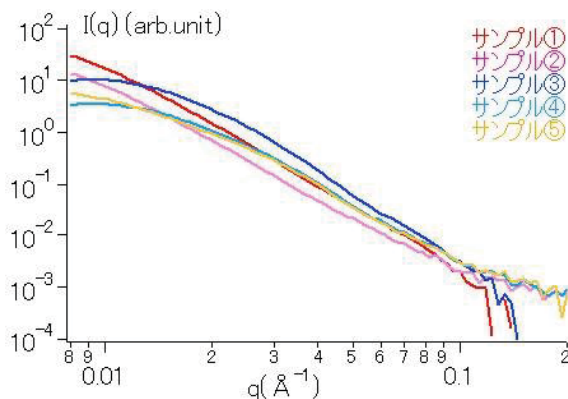


図1. 各サンプルの測定プロファイル

全サンプルの散乱プロファイルにおいて、 $Q = 0.015 \sim 0.1 \text{ \AA}^{-1}$ の領域で散乱強度は q^{-4} に従うため、顔料は球状粒子と考えられる。そこでギニエプロットから得られた回転半径から $R_g^2 = 3/5R^2$ を用いて粒径を算出した。この結果と、TEM 画像から得られた顔料粒径データ($n=300$)の結果について表2に示す。また同じサンプルの SAXS 測定も行っており、その結果についても示す。

サンプル	中性子散乱測定		X線小角散乱測定	
	ギニエプロットから得られた粒径 (nm)	TEM画像処理から得られた粒径 (nm)	ギニエプロットから得られた粒径 (nm)	TEM画像処理から得られた粒径 (nm)
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

表2. 各サンプルの粒径測定結果
(⑤の小角散乱の結果は通常溶媒の結果)

SANS から得られた粒径は TEM 画像から得られた顔料粒径の結果とほぼ一致していることから、SANS のプロファイルはほぼ顔料を観察していることが示唆される。

また、重溶媒を用いたサンプルの粒径(②、④)は軽溶媒サンプルの粒径(①、③)より僅かに小さく、③と④では約 3nm の開きがあった。

サンプル⑤に関しては、SANS および SAXS で得られた粒径が TEM 画像から得られた顔料粒径より大きかった。この原因については今後更なる解析を進めてゆきたい。

<考察・今後の予定>

本測定結果を TEM 画像から得られたデータおよび X 線小角散乱の結果と比較すると、①および②に関してはほぼ顔料のみのプロファイルを観察しているものと考えられる。これは、当該顔料が表面処理されていないため、顔料表面に分散剤が吸着しづらくなっていることから予想できる。

また、③、④に関しては表面処理されている顔料を用いており、顔料と分散剤との間で界面領域が形成されていることが期待される。ギニエプロットから得られた粒径と TEM 画像から得られた顔料粒径の結果からはそれが伺えないが、③と④の中性子散乱のギニエプロットから得られた粒径には差があることから、重溶媒を用いて観察することで軽溶媒サンプルとは違う対象を観察していると考えられる。

今回は分散剤・樹脂の構造を明確に捉えることができなかったが、今後顔料濃度を下げたサンプル(今回は濃度が濃い可能性がある)や顔料 B を用いたサンプル点数(③、④の結果の検証)を増やすことで、より詳細な構造観察を行いたい。