

# Organoclayのナノ構造解析

利用者 今瀬肇<sup>1</sup>、原田雅史<sup>2</sup>、蒲沢和也<sup>2</sup>、谷昌明<sup>2</sup>、福森健三<sup>2</sup>、杉山純<sup>2</sup>

所属 <sup>1</sup>茨城県企画部、<sup>2</sup>豊田中研

## 1. はじめに

Organoclayは平板状のclayの両面に有機化合物が共有結合したハイブリッド材料である<sup>1)</sup>。オルガノトリアルコキシシランR-Si(OR')<sub>3</sub> (R:有機部分)と金属化合物の共重合によって得ることができるが、有機部分としてR=3-(methacryloxy)propyl、金属としてMg, Al, Ni, Ti等を用いると、生成物は凝集することなく単分子レベルで有機溶媒に分散する。これまでに、X線回折、赤外分光、NMRなどで構造が評価され、二次元的な形状を持つと考えられているが、溶媒に分散したときの形状は明確になっていなかった。そこで、小角中性子散乱法によって構造を解析する。

## 2. 実験

Ti系とAl系のOrganoclay (Ti-OC, Al-OC) を合成した。典型的な合成方法は以下のとおりである。3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン49.6 g (0.2 mol) をテトラヒドロフラン500 mlに加えて攪拌する。ここに、チタンイソプロポキシド28.4 mlを加えてさらに攪拌し、メタノール500 mlで希釈したイオン交換水18 gを加える。さらに、この溶液を4000 mlのイオン交換水中に滴下し懸濁液を調製した。ロータリーエバポレーターによりこの懸濁液から有機溶媒を除去して全体が2000 mlになるまで濃縮した後、凍結真空乾燥を行う。このようにして得たOrganoclayをトルエンとd-トルエンの混合溶液に1 wt%と5 wt%の濃度で分散させた。トルエンと d-トルエンの比率によってコントラストバリエーションをつけることができる。なお、Organoclayは分散性が高く数カ月放置しても沈降はみられない。小角中性子散乱は、波長6.5 Å, 試料と検出器の距離2.5 m, 10 mで測定した。一部、集光光学系での測定を実施したが、溶液と溶媒の散乱強度に差はみられなかったので、超小角中性子散乱の実験は実施しなかった。また、散乱ベクトルqがより大きな領域での測定は実施できなかった。

## 3. 結果および考察

図1と図2にTi-OCとAl-OCの小角中性子散乱 (SANS) スペクトルを示す。それぞれ、d-トルエンに1 wt%分散させたもので、透過率で補正し溶媒からの散乱を引いて表示した。両対数プロットで傾きが-2の領域が存在することから、円板モデルが妥当と考えられる。円板モデルによるフィッティングは式1を用いた。

$$I(q) \propto \int_0^{\pi/2} d\gamma \left\{ \frac{\sin(0.5qL \cos \gamma)}{0.5qL \cos \gamma} \frac{2J_1(qR \sin \gamma)}{qR \sin \gamma} \right\}^2 \sin \gamma \quad (1)$$

実線は図中に示したモデルに基づく理論曲線である。円板の厚さはX線回折の結果を基づいて20 Åに固定した。直径をフィットパラメータとすることにより、形状を定量的に求めることができた。Ti-OCの直径は142 Å, Al-OCの直径は64 Åである。

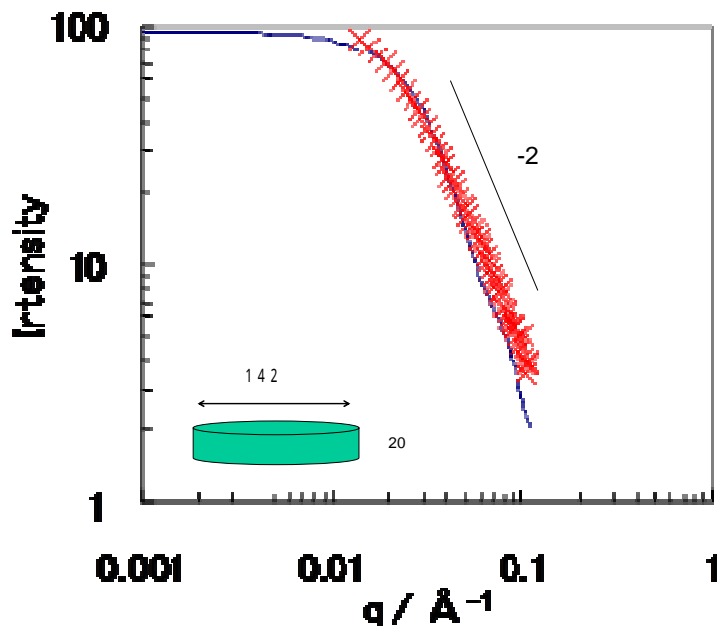


図1 Ti-OCのSANSスペクトル

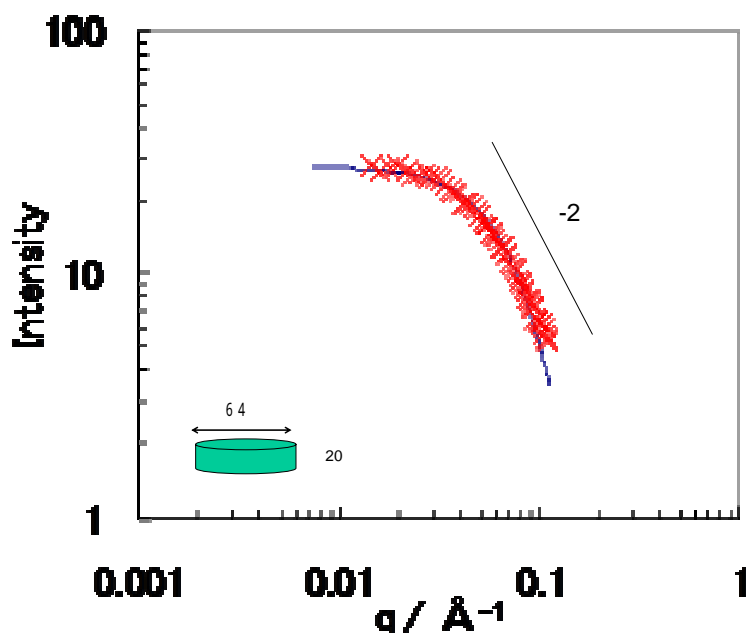


図2 Al-OCのSANSスペクトル

## 4. まとめ

小角中性子散乱法によってOrganoclayが溶媒に分散したときの形状を明らかにすることができた。今後は、小角X線散乱法を用いた相補的な解析を実施するとともに、qがより大きな領域での測定を実施することにより、モデルの妥当性を検討する予定である。

### 【参考文献】

1) 谷ら, スメクタイト研究会 会報, 8, 14 (1998) が確認できた。