

高屈折率ナノ粒子の均一分散状態解析による超高屈折率樹脂の開発 Development of Stable Dispersion Method of Inorganic Nanoparticles with High Refractive Index

蟹江 澄志^a, 松原 正樹^a, 山田 幸香^b
Kiyoshi Kanie^a, Masaki Matsubara^a, Yukika Yamada^b

^a 東北大学 多元物質科学研究所, ^b (株)サムスン日本研究所
^a IMRAM Tohoku University, ^b Samsung R&D Institute Japan Co. Ltd.

キーワード： ナノ粒子, 高屈折率, 小角放射光散乱

背景と研究目的：

光学レンズの小型化・高機能化に伴い、高屈折率かつ成形加工性を有する光学レンズ向け材料の開発が求められている。その手法として、熱可塑性樹脂の高屈折率化に関する研究開発が盛んに行われている。しかしながら、これらの有機系樹脂は、可視光領域での着色や、屈折率向上に限界を有する等の問題を有する。これらの問題を解決する手法として、樹脂中への高屈折率ナノ粒子の均一混合に注目が集まっている。しかしながら実際には、樹脂中でのナノ粒子の凝集に伴う透明性の低減、ヘイズの上昇や、成形加工性の低下が大きな問題となり、実用に至っていないのが現状である。その問題を解決するための主要課題が、樹脂中への均一次粒子分散である。それにはナノ粒子の表面処理による樹脂との親和性が求められる。そこで本研究では、小角放射光散乱測定によりナノ粒子の樹脂及び溶媒中での分散状態を精密に解析することで、ナノ粒子を樹脂中で均一次粒子分散させる因子の解明及び分散手法を開発すると共に、樹脂中での親和性を向上させるためのナノ粒子表面処理法を開発することを目的としている。尚、問題解決のためのもう1つの主要課題である粒子の屈折率向上については、実用化されている光学用高屈折率粒子中、最も屈折率の高いジルコニアよりも屈折率が約 0.3 高い、チタン酸バリウムのシングルナノ粒子に着目した。この粒子は、代表者らが最近、独自に開発した手法により合成できる。この粒子を用いた本研究がもたらす成果は、光学レンズ向けの革新的材料の開発に繋がり、将来の産業を支える上で極めて重要な課題である。

実験：

小角および超小角放射光散乱測定を行うため、代表者らの手法により、平均粒径 6-8nm のチタン酸バリウム (BT) ナノ粒子を合成した。得られた BT ナノ粒子を各種有機溶媒に分散させた。この際、溶媒中における BT ナノ粒子の濃度は、5-30 wt% とした。さらに、分散剤として極性官能基を有する有機分子を添加した。測定の条件は SAXS: X 線エネルギー = 18 keV, カメラ長 = 3 m (測定 q レンジ = $0.06 \sim 3 \text{ nm}^{-1}$), USAXS: X 線エネルギー = 18 keV, カメラ長 = 42 m (測定 q レンジ = $0.005 \sim 0.2 \text{ nm}^{-1}$) とした。散乱パターンの取得には、PILATUS 2M 検出器を用いた。また、得られた散乱パターンを絶対強度で規格化し、SAXS/USAXS 領域での散乱像とした後、Igor プラグインである Irena の Unified Fit および Modeling II により解析を行った。

結果および考察：

Figure1 に、散乱パターンの解析を行った際の代表的な例を示す。ここでは、有機溶媒中での BT ナノ粒子の濃度は 10 wt% であり、酸性官能基を有する分散剤を添加している。散乱パターンは、2種類の粒子の混合物として帰属された。一つは、粒径 12.4 nm であり、もう一方は 446 nm で

あった。これらのことから、前者は、一次粒子分散した BT ナノ粒子、後者は凝集した BT ナノ粒子に由来する散乱であると帰属できた。BT 濃度を变化させた散乱パターンについて帰属を行ったところ、BT ナノ粒子の濃度が上昇するにつれて、凝集体として帰属される粒子のサイズが大きくなるのが観察された。また、分散剤の種類を変えて散乱パターンの取得を行い、その解析を行った。その結果、酸性官能基を有する分散剤のなかでも、特定の分散剤を用いることが、一次粒子分散には重要であることが示唆された。現在、一次粒子と凝集粒子との割合を算出することで、定量的な比較を行い、ナノ粒子を樹脂中で均一次粒子分散させる因子の解明に繋げるべく、さらなる解析を行っている。

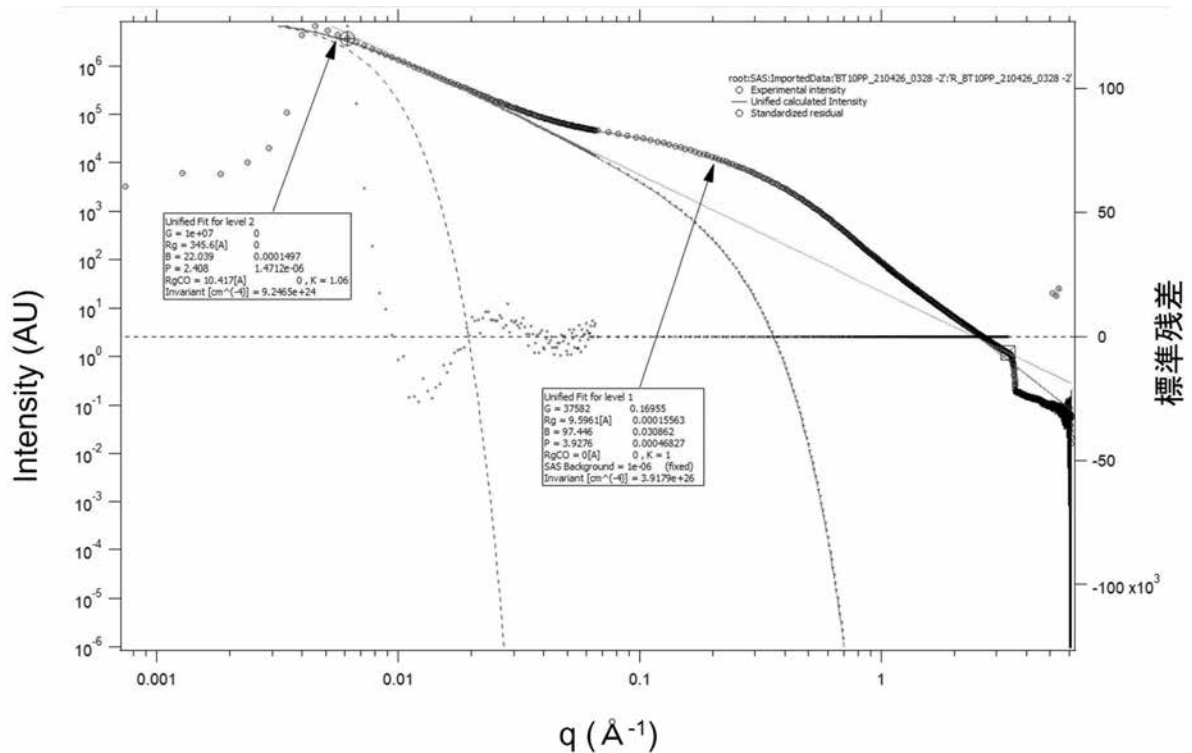


Figure 1. A SAXS/USAXS profile of BT nanoparticles dispersion in organic solvent in the presence of acidic surfactant.