スペクトル領域干渉動的散乱法による自己組織化析出法の現象解析 Optical analysis on self-organized precipitation phenomenon by means of spectral-domain interference dynamic light scattering

東京農工大 BASE, °(M1) 母良田 健太, 岩井 俊昭

Tokyo Univ. of Agri. & Tech., BASE, °Kenta Horota and Toshiaki Iwai

E-mail: tiwai@cc.tuat.ac.jp

1. はじめに

均一なサイズの高分子微粒子を大量に生成させる技術として、自己組織化析出(Self-Organized Precipitation, SORP)現象¹⁾の利用が提案されている。自己組織化現象とは、高分子を有機溶剤に溶解させた高分子溶液に水を混合させ、その気液界面近傍で高分子の核が発現する現象である。界面で発生した核が沈降するに従って溶融している高分子が結合することによって粒子径が増加し、最終的には一定粒径の高分子球が沈殿・堆積する。生成される粒子の粒径を制御するためには、沈降過程での粒子成長プロセスの解析が必要である。

本研究では、光コヒーレンス断層撮像法と動的散乱法を組み合わせたスペクトル領域干渉動的散乱法を用い、自己組織化析出現象の高分子微粒子が時空間成長するプロセスの解明を行う。

2. 実験

Fig.1 に SORP 法による高分子微粒子の生成原理を示す。第1段階では、微粒子化したい高分子を良溶媒である有機溶剤に溶解させ、貧溶媒である水を滴下する。第2段階では、良溶媒の蒸発に伴う気液界面近傍における貧溶媒の濃度の上昇によって、高分子の溶媒が貧溶媒に置き換わる過程で高分子核が析出する。第3段階では、析出した高分子核が沈降しながら溶液中に存在するひも状の高分子鎖を絡め取ることでより成長し、均一粒径の高分子微粒子が生成される。

Fig.2 に本研究で用いる実験系を示す。低コヒーレンス光源として中心波長 839nm のスーパーミネッセントダイオード(SLD)を用いる。試料中のブラウン粒子からの後方散乱光と平面鏡からの反射光である参照光は、CCD ラインカメラで干渉し、波長分解検出される。ラインカメラのフレームレートがブラウン粒子によって生じる散乱光の時間変動より十分に高速であれば時間的に変動する強度スペクトルを得る。Wiener-Khinchin の定理より時間相関関数を計算し、動的散乱理論²⁾に基づいて粒子の拡散係数を算出し、流体力学的半径を決定する。

3. 結果

Fig.3 に自己組織化溶液の気液界面からの深さに対する粒径変化の計測結果を示す。使用する溶液として、良溶媒にテトラヒドロフラン、貧溶媒に水、高分子にはポリスチレンを用いた。生成されるポリスチレン粒子の半径は、界面からの深さに比例して増加し、高分子核の沈降に伴って粒子が成長している過程を直接計測できていることを示す。本研究の結果より、スペクトル領域干渉動的散乱法を用いて SORP 現象を解析することで、粒子成長のプロセスパラメータを決定できることを示す。

参考文献

- 1) 藪浩, 田島考訓, 樋口剛志, 下村雅嗣, “自己組織化による高分子ナノ微粒子の作製”, 表面科学, 28-5, pp. 277-282, (2007).
- 2) P. J. Berne and R. Pecora, *Dynamic Light Scattering* (Dover, New York, 2000).

Fig.1 Particle growth process in the SORP phenomenon.

Fig.2 Experimental setup.

Fig.3 Estimated hydrodynamic radii as a function of the distance from the air-liquid interface.