

# 高速時間分解 Rheo-SAXS によるシアシックニング流体の構造解析

○赤田 圭史<sup>1</sup>, 石橋 諒一<sup>2</sup>, 山田 達矢<sup>3</sup>, 小林幹佳<sup>2</sup>, 藤田 淳一<sup>1</sup>  
○K. Akada<sup>1</sup>, R. Ishibashi<sup>2</sup>, T. Yamada<sup>3</sup>, M. Kobayashi<sup>2</sup>, J. Fujita<sup>1</sup>

<sup>1</sup>筑波大数理, <sup>2</sup>筑波大生命環境, <sup>3</sup>高度情報科学技術研究機構

Institute of Applied Physics, Univ. of Tsukuba<sup>1</sup>, Faculty of Life and Environmental Sciences, Univ. of Tsukuba<sup>2</sup>, Research Organization for Information Science & Technology<sup>3</sup>

シリカコロイド濃厚懸濁液に強いせん断が加わると、粒子配置の変形と共に急激に粘度が増大するシアシックニング現象を示す。そのメカニズムとして order-disorder 転移、接触摩擦といったモデルが提唱されており、これらのモデルについて実験的な検証が求められる。しかしその変化は 1 秒以下の短時間で進行するため、数秒～数十秒の時間を要する従来のレオロジー計測での観測は困難であった。本研究では粘度と小角/極小角 X 線散乱(SAXS/USAXS)を同時計測する Rheo-SAXS[1]を用いて、レオロジー変化に伴う構造を調べた。高輝度放射光を X 線光源に利用することで、 $\mu$  秒間隔の構造変化を捉える高速時間分解 Rheo-SAXS を実現し、シアシックニングに伴う過渡的構造変化を明らかにした(Fig. 1)。

サンプルは粒径 500 nm のシリカ (KEP50, 日本触媒) を EG 溶液に分散させたコロイド懸濁液を使用した。レオメーター (ONRH-1, 大葉技研) に、ポリカーボネート製の X 線透過二重円筒型セルを組み合わせ、粘度と SAXS を同時測定した。~100 nm と ~1  $\mu$  m までの構造をそれぞれ、SPRing-8 BL40XU の小角 X 線散乱測定 (SAXS) と、BL19B2 で極小角散乱測定 (USAXS) で調べた。

シアシックニングを示すシリカコロイド溶液の粘度測定結果と、定常回転中に取得した USAXS スペクトルの 2 次元像を Fig. 2 に並べる。初期状態のコロイド懸濁液はランダム配向の多結晶構造を有し、2D スペクトルは等方的なデバイ・シェラー環を与える。せん断速度  $100 \text{ s}^{-1}$  までは粘度の減少 (シアシニング) が続き、せん断に誘起されたコロイド結晶の最密充填層が整列し、高い結晶性の 6 回対称ブラッグピークを示す。せん断速度が  $360 \text{ s}^{-1}$  を越えると急激に粘度が増大し、shear melting に伴うブラッグピークの消失とデバイ・シェラー環の出現が観測される。結晶化には数十秒の時間を要するが、shear melting の過程は数秒以内に完了する。ピーク解析の結果は定常せん断と衝撃せん断で異なる shear melting の様相を明らかにした。定常せん断では等方的に溶解するのに対し、衝撃せん断ではクラスター構造を保ちながら溶解した。

[1] K. Akada, *et al.*, *Colloids and Surfaces A*, 658, 5, 130727 (2023)

謝辞：本研究は科研費若手研究 21K13890, 23K13243 の支援を受けて実施した。

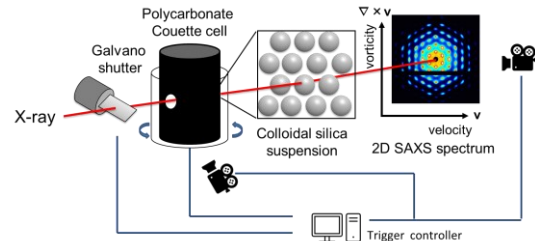


Fig. 1 Schematics of a time-resolved Rheo-SAXS system.

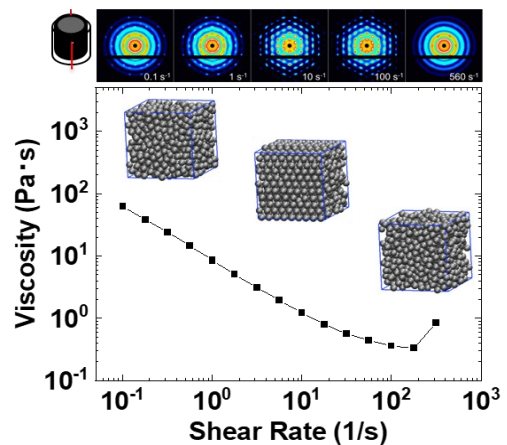


Fig. 2 Viscosity versus shear rate of colloidal silica suspension. Inset shows corresponding USAXS 2D diffraction patterns.