 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2015/10/5
課題番号 Project No. 2014BM0014 実験課題名 Title of experiment ポリブタジエンの精密構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 増井 友美 所属 Affiliation 住友ゴム工業株式会社 材料開発本部 材料第三部	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL20 実施日 Date of Experiment 3/20, 21

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.

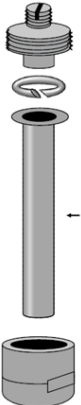
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. ・重水素化ポリブタジエン
--

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.
--

【実験方法】

重水素化ポリブタジエンをポリブタジエンの良溶媒であるトルエンに溶解し、溶媒を完全に除去することでキャスト膜を作製した。キャスト膜を厚み 25 μ m のバナジウム箔に固定化し、バナジウム箔とともに右図のバナジウム管(外径 6 mm, 内径 5.8 mm)に円筒に沿って封入した。iMATERIA では真空条件で実験を実施するため、バナジウム管はインジウム線で密閉した。実験は DF モード(Double Frame Mode)で実施した。

ビームサイズは 20 mm x 20 mm であり、統計精度の高い実験データを得るため、測定を約 5 時間行った。実験は 300K にて行った。



インジウム線
バナジウム管
試料セル

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

【実験結果】

図1に iMATERIA で得た $S(q)$ を示す。測定データは、320 K で得た重水素化ポリブタジエンを計測した文献の結果(文献1)とほぼ一致することが確かめられた。

$q = 1.5 \text{ \AA}^{-1}$ 付近に「アモルファスハロー」として知られているポリブタジエンの分子間距離に対応するピークが観測された。また、 $q = 3 \text{ \AA}^{-1}$ 付近には、ポリブタジエンの分子鎖内相関に由来するピークが観測された。このことから、妥当な結果が得られていると考えられる。

一方、今回得た実験データでは $q = 3 \text{ \AA}^{-1}$ 付近のピークがわずかに二つに分裂している様子が観測された。これは、ポリブタジエン試料を固定したバナジウム箔もしくはバナジウム試料管のバックグラウンドの差し引きがうまくできていないことに起因すると考えられる。今後、バックグラウンドの差し引き方を再検討し、より定量的なデータ解析を実施する予定である。

得られた動的構造因子を動径分布関数に変換し、文献値と比較した(図2)。iMATERIA 実験から得た動径分布関数(図2の青実線)は文献結果(図2

の黒実線)と比較するとピーク位置の再現はできていることが確認できた。一方で、 $r = 4 \sim 10 \text{ \AA}$ 付近で振動する成分が観測された。

今回の実験で、ポリブタジエンのミクロな構造情報取得が iMATERIA 装置で可能なことが分かった。今後、様々なポリマーに対して同手法を活用して原子レベルでの微細な構造情報を明らかにするための利用を検討することを予定している。

【文献】

1: T. Gkourmpis et al., *Macromolecules* 2011, 44, 3140–3148

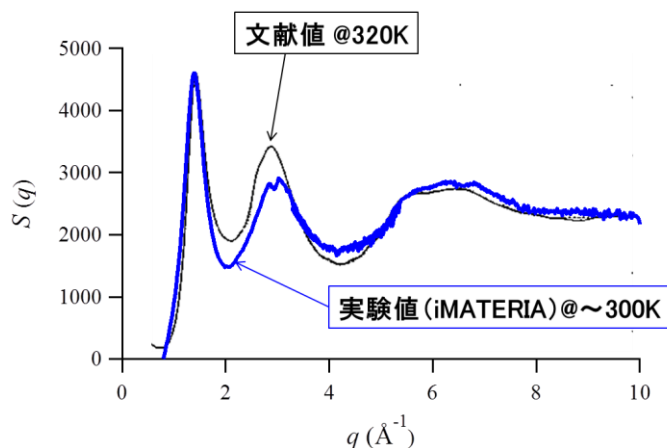


図1 iMATERIA 装置で得たポリブタジエン単体からの静的構造因子 $S(q)$ (青実線) と文献結果(黒実線)。

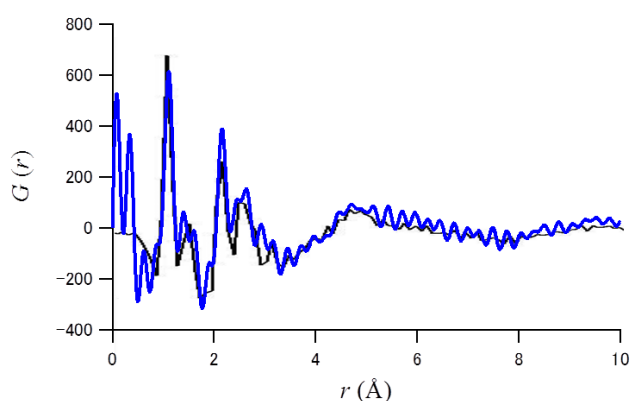


図2 ポリブタジエン単体の動径分布関数 $G(r)$ (青実線) と文献結果(黒実線)。