

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2014PM0007 実験課題名 Title of experiment 高次構造解析によるプラスチック再利用成形加工技術の高度化 実験責任者名 Name of principal investigator 石渡恭之 所属 Affiliation 茨城県工業技術センター	装置責任者 Name of responsible person 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA / BL20 実施日 Date of Experiment 2014.11.24-25

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.

<p>1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.</p> <p>ポリプロピレン(PP)の熱劣化により生じる一次構造の変化が、高次構造(結晶)の形成へ与える影響を見出すため、熱処理時間の異なるPPを同一の条件にて成形し結晶化させた試料を作成した。</p> <p>1.1 試料の作成方法</p> <p>PPはノバテックPP(日本ポリプロ(株))とし、結晶核を増加させるための増核剤を添加しないグレードと添加したグレードの2種類を用いた。プレス成形機にて厚さ1mmのシート状に成形した後、電気炉において186°Cにて熱処理を行った。このときの熱処理時間は、PP(増核剤なし)は0, 120, 240min, PP(増核剤あり)は0, 240, 360minとしてそれぞれ3段階に設定した。熱処理後、プレス成形機により1min加熱して厚さ0.5mmのシート状にした後に平均1.4°C/sの速度で40°Cまで冷却し測定試料とした。</p> <p>1.2 作成した試料の分子状態の確認</p> <p>熱処理をすると、それぞれの試料は熱処理時間に応じて重量減少がみられた。増核剤なし-熱処理240minでは融点の顕著な低下も確認され、熱処理による分子量の低下が示唆された。また、増核剤なし-熱処理240minや増核剤あり-熱処理360minでは、部分的に白色化が生じており、その部分の赤外吸収スペクトル測定によりカルボニル基の増加がみられたことから酸化が進行していると考えられた。X線回折法による測定では、いずれの試料とも、図1(各グレードの0minの結果を例示)のようなPPの結晶による回折線がみられ、結晶が形成していることが確認された。これらの結果より、本実験の試料は、熱処理時間の違いにより分子量の低下や酸化などの一次構造の変化が生じており、そのうえで評価対象とする高次構造(結晶)が形成したものであると考えられる。</p> <div data-bbox="874 1467 1428 1825" data-label="Figure"> </div> <p>図1 作成したPP試料のXRDスペクトル</p> <p>増核剤ありおよびなしの加熱時間0minを例示。 ●の回折線はPPの結晶に由来。</p>

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.

iMATERIA (BL20)による中性子小角散乱測定における散乱ベクトル q の範囲では、高分子の結晶について、分子配列の間隔や porod 則によりわかる結晶の粒の表面形状の情報などが得られる可能性が考えられる。そこで、熱劣化に起因する一次構造の変化により、それらの高次構造の状態にみられる変化について測定を試みた。

中性子小角散乱測定により得られた結果を図2に示す。低い q 値側において、結晶に由来した散乱強度の増大がみられることが期待されたが、いずれの試料でもみられなかった。これにより、中性子小角散乱においてPPの結晶に由来する散乱を得るためにはより低い q の範囲にて測定を行う必要があることが示唆された。PPの結晶の粒径は現在のiMATERIAの q の範囲に対して低い q 側にずれた範囲にあるが、そのことに加えPPに多く含まれる水素に由来する非干渉性散乱によるベースラインとなる散乱強度の上昇が起きたことにより、本測定の q 範囲では結晶由来の散乱情報が水素の非干渉性散乱に埋もれてしまい、結果として今回の q の範囲では情報が得られなかったと考えられる。

本試料について目的の情報を得るためには、今後、より広い q 範囲における測定が望ましいと考えられる。

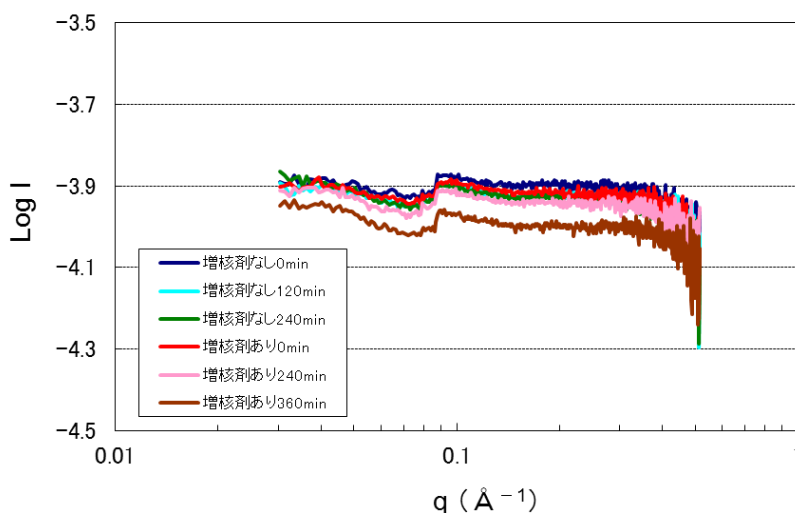


図2 各PP試料の小角散乱測定結果