

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2016BM0004 実験課題名(Title of experiment) 小角中性子散乱法を用いた架橋ポリオレフィンの結晶化と架橋構造に関する研究 実験責任者名(Name of principal investigator) 三田 一樹 所属(Affiliation) 三井化学株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA/(BL20) 実施日(Date of Experiment) 2017.2.18.

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

### 1. 実験目的(Objectives of experiment)

架橋ポリオレフィンは、様々な産業材用途で使用されており、その機械物性や成形性を制御するには、結晶・架橋構造の精密な制御が必要不可欠である。中性子散乱法の活用により、結晶・架橋構造共存系の構造解析を行う。

### 2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

#### 2.1 試料 (sample(s))

- ・直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)、固体
- ・重水素化パラキシレン(*p*-xylene- $d_{10}$ )、液体
- ・パラキシレン(*p*-xylene- $h_{10}$ )、液体

過酸化剤架橋を行った LLDPE をプレス成形することにより、厚み 1mm のプレスシートを作製した。これを試料セルサイズに打ち抜き、*p*-xylene- $d_{10}$ /*p*-xylene- $h_{10}$  混合体積比(D/H)の異なる5種類の溶媒(D/H = 0/100、30/70、50/50、70/30、100/0)に48時間浸漬させ、測定試料とした。

#### 2.2 実験方法(Experimental procedure)

BL20 (iMATERIA)にて、小角中性子散乱(SANS)測定を行った。アルミニウムウィンドウを用いた試料セル、オートサンプルチェンジャーを利用して、室温測定を実施した。

### 3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

膨潤シート試料の測定結果を Fig. 1 に示す。ここで  $q$  は散乱ベクトルの大きさである。まず一目で、溶媒の D/H により散乱プロファイル(コントラスト)が変化したことがわかる。溶媒の重水素化率が高くなるほど、ピーク強度は増大している。

さらに、全ての試料において、 $q = 0.025 \text{ \AA}^{-1}$  付近にピークが観測された。このピークは、LLDPE の結晶部と溶媒を含んだ非晶部のコントラストを反映していると考えられる。また、計算の結果から、LLDPE 結晶部の散乱長密度は  $p$ -xylene- $h_{10}$  よりさらに小さいことがわかっている。

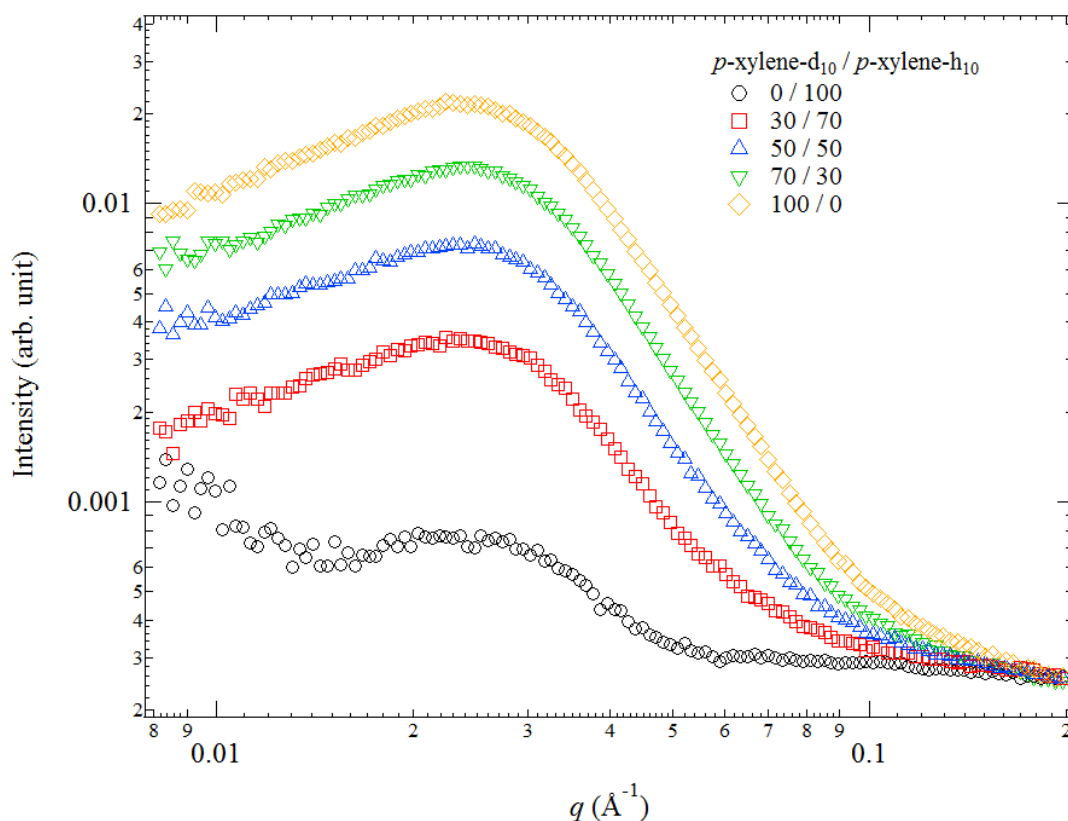


Fig. 1 SANS profiles of cross-linked LLDPE swollen by  $p$ -xylene.

### 4. 結論(Conclusions)

結晶構造と架橋網目構造の共存する試料においても、溶媒とのコントラストを変化させられることが示せた。今後、より詳細なモデル・フィッティングを進める。将来、J-PARC のビーム出力が向上すれば、さらに複雑な系の解析も期待できる。

1. Takenaka, M.; Nishitsuji, S.; Amino, N.; Ishikawa, Y.; Yamaguchi, D.; Koizumi, S. *Macromolecules*, **2009**, 42, (1), 308–311.