 茨城県 IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report) 2022/1/21
課題番号(Project No.) 2019AM0041 (BL-20) 実験課題名(Title of experiment) 中性子小角散乱によるポリイミドフィルム中の水分子の捕捉(トライアル) 実験責任者名(Name of principal investigator) 野田 国宏 所属(Affiliation) 東京応化工業 株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 能田 洋平 先生 装置名(Name of Instrument : BL No.) 茨城県材料構造解析装置 : BL20 (iMATERIA) 実施日(Date of Experiment) 2020 年 2/6 21:00~ 2/7 9:00

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.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>ポリイミドシートは耐熱性・絶縁性の観点から、電子部品の材料として数多くの分野で使用されている。このシートは、前駆体であるポリイミドワニス和支持体に塗布後、焼成・単離することで作成される場合がある。ポリイミドシートの膜物性は、作成過程における水分の影響を受ける。焼成する過程において、イミド化反応に伴い水分が発生することが知られているが、作成したシート中に含まれる水分子を捕捉できる手法が少ない。中性子小角散乱を用いて、ナフィオン膜中に含まれる水分子を捕捉することに成功した事例があり、上記ポリイミド膜も同様の方法で捕捉できる可能性があると考えられたため、ポリイミド膜の温度に対する構造変化を捕捉することが可能か否かを確認することを目的とし、実験を行った。</p>
<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>ポリイミドシート① (100 °C焼成) ポリイミドシート② (140 °C焼成) ポリイミドシート③ (300 °C焼成)</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>ポリイミドワニス和支持体に塗布した後、100°C、140°C、300°Cの各温度で焼成した。焼成後、支持体よりシートを単離し、ポリイミドシート①~③を得た。得られた膜を小角散乱用試料セルに挟み込み、観察検体とした。各検体を BL20 (iMATERIA) にて、小角中性子散乱 (SANS) により、各波数に対する散乱強度を小角検知器 (SA 部) と低角検知器 (LA 部)を用いて観察した。</p>

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.

各温度で焼成した膜における SA 部の観察結果を参照すると、100 °C及び 300 °Cの焼成膜では観測されていないのに対し、140°Cの焼成膜において、 $q = 0.08 \text{ \AA}^{-1}$ 付近にピークが観測された。前駆体であるポリイミドワニス は、140°C前後からイミド化閉環反応を伴い水分子の放出され始めることが知られており、この際に発生した水による構造変化に由来するものと推定される。一方、LA 部の観察結果を参照すると、100 °C及び 140 °Cの焼成膜では観測されていないのに対し、300 °Cでは $q = 0.4 \text{ \AA}^{-1}$ 付近にピークが観測された。300 °Cではイミド化閉環反応は完遂していると推定され、ポリイミド分子が周期性のある構造へと変化したため、ピークが検出されたと推定される。

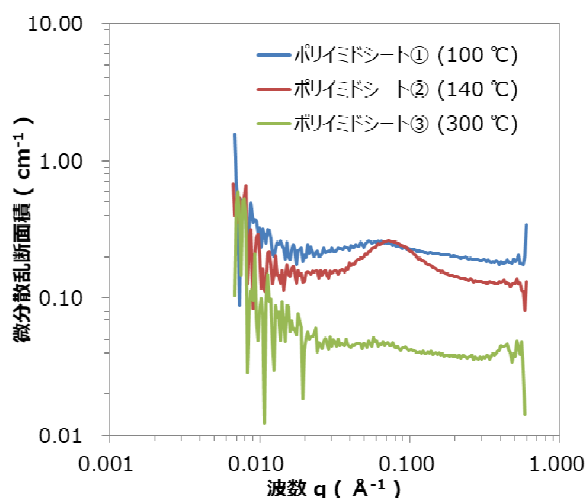


図 1 ポリイミドシート①～③の測定結果 (SA 部)

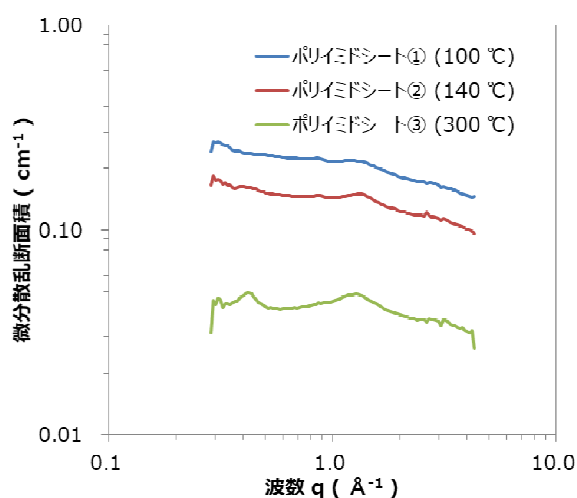


図 2 ポリイミドシート①～③の測定結果 (LA 部)

4. 結論(Conclusions)

ポリイミドワニスの各温度におけるイミド化環化反応に伴う発生水分子による構造変化の様子を、中性子小角散乱法を用いて確認することができた。今後は、各検体の赤外吸収スペクトル (FT-IR) を測定し、各温度で起こっている反応過程を推定する予定である。