

利用実績報告書

(令和 7 年度)

企業名等	東洋製罐グループホールディングス株式会社		利用実績	8 時間
課題名	高分子の高次構造の測定			
利用ビームライン	BL (08W SAXS)	測定手法	小角 X 線散乱	
測定体制	<p>事前相談 → 東洋製罐グループホールディングス株式会社 ← 測定指導・助言</p> <p>PhoSIC 八木先生 株式会社日産アーク</p>			
利用目的	<p>容器の素材としてオレフィン材料は多く使用されており、使用目的や所望の物性に合わせて材料をブレンド・改質を行うことが多い。容器の物性に大きく影響するラメラ晶やマイクロ相分離構造について評価を実施したい。また、温度を経時で変化させた際の SAXS プロファイルの変化についても確認したい。</p>			
測定条件・内容	<p>測定環境： 真空中、室温 (25°C) もしくは昇温 (40°C or 50°C)</p> <p>入射X線エネルギー： 8.05 keV固定</p> <p>検出器：ハイブリッド型シリコンフォトンカウンティング検出器 Eiger2 1M</p> <p>カメラ長： 最大1600 mm</p> <p>利用ソフト：SAXSdrive (制御/測定)、Bragg Eye (処理/解析)</p>			
結果概要	<p>弊社では樹脂ペレットを混練・ブレンド・成形品を試作する機会が多く、所望の機能をもたせるために相分離構造を有する試料であることも多い。相分離構造の例を図 1 に示す。</p> <div style="text-align: center;"> <p>樹脂ペレット 相分離構造</p> </div> <p>図 1 相分離構造の TEM 観察例</p> <p>通常分析では光散乱、TEM 観察、熱分析などによって高次構造の観察を行っているが、SAXS による評価も有効な手法である。しかし比較的密度差の小さい高分子材料から成る試料についてはラボ機の SAXS にて球状ドメインに由来するピークを観測することは困難であった。</p> <p>今回これら特に密度差の小さいオレフィン樹脂から成るペレットや配向を有する成形品</p>			

の測定を実施した。測定事例としてマイクロ相分離構造を有する高分子フィルムの 2D-SAXS 像を図 2 に示す。図 2 の例のように作成条件やドメインサイズによってマイクロ相分離構造に由来すると思われる 1 次ピークやラメラ構造に由来すると思われるピークを観測することができた。成形条件の違いやその他の分析からの結果と合わせながら高分子構造がどのようなになっているかの参考としたい。温度昇温については、含まれる一部の材料のガラス転移温度付近での変化やアニール処理の前後での変化を確認するために実施したが、有意差については確認中である。

今回の SAXS 測定についての試料は比較的単純なものであったが、今後成形品の局所的な情報の取得や in-situ での測定についても実施していきたい。

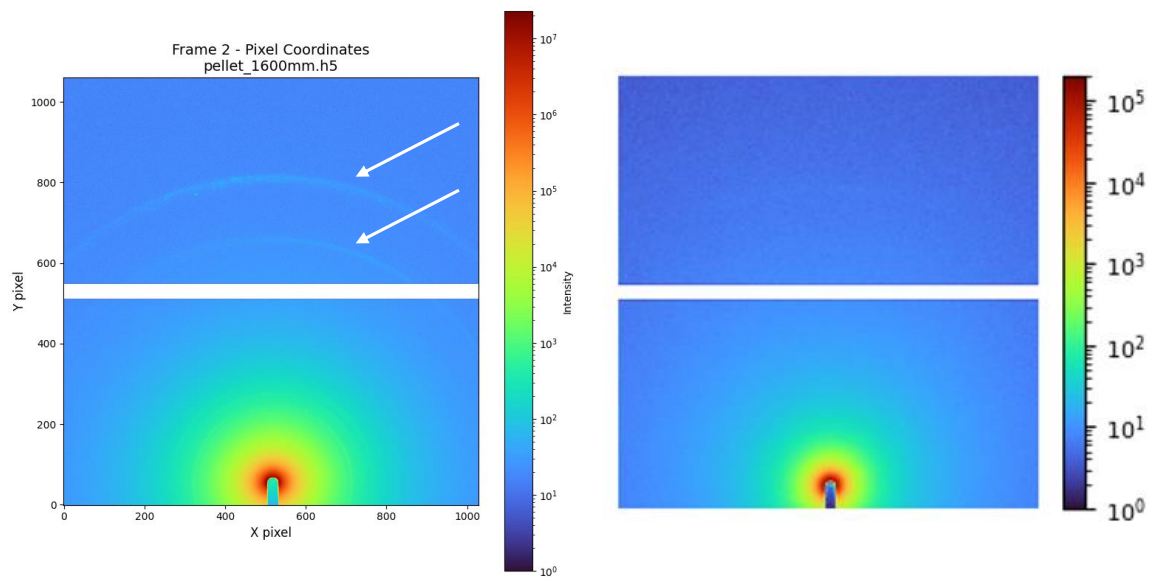


図 2 相分離構造を有する高分子フィルムの 2D-SAXS 像(左)、及びマトリクス樹脂のみの 2D-SAXS 像(右)