

令和 6 年 6 月 14 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2021～2023

課題番号：21K05139

研究課題名(和文) 高分子構造の引張変形を分子レベルで検出する近赤外-小角X線散乱の同時計測技術

研究課題名(英文) System to measure NIR spectra and X-ray scattering simultaneously

研究代表者

新澤 英之 (Shinzawa, Hideyuki)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・材料・化学領域・主任研究員

研究者番号：10549893

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：高分子は原子、分子、高分子鎖、結晶・非晶といった様々なスケールの要素で構成されており、高分子材料の特性や状態を評価するためには一つの要素だけを分析するだけでは不十分な場合が多く、さまざまなスケールの化学情報を測定し、データを統合して分析することが重要である。我々は近赤外光とX線という透過性の高い2種の光に注目し、高分子試料の同一部位に近赤外光とX線を照射し、近赤外光の吸収とX線の散乱を測定するという新しいシステムを開発した。高分子試料の劣化前後の近赤外吸収スペクトルとX線散乱プロファイルを分析することで分子レベルでの化学変化が高次構造へと伝搬し物性が低下していく仕組みを解明した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

近赤外線とX線を同時計測する計測技術の開発に世界で初めて成功した。加えて本技術を使用して汎用樹脂であるポリプロピレンの劣化メカニズムを詳細に解明しており、技術開発と共にポリマーの劣化評価法としてのアプリケーション事例の創出も達成した。基礎～応用に関する様々な技術の確立がなされ学術的成果だけでなく産業への応用事例まで達成されたという点で極めて重要な意義を持つと言える。

研究成果の概要(英文)：Properties of polymer samples are often influenced by molecules, polymer chain and polymer structure. It is important to obtain concatenated information from such different types of structures for in-depth understanding of the polymer system. We have developed a new system simultaneously measuring near-infrared (NIR) light absorption and X-ray scattering by polymer sample to obtain multi-scale chemical information of the object. Apparent changes in the NIR spectra and X-ray scattering property were observed when the PP sample was subjected to thermal treatment to reveal the full details of the thermal degradation of the polymer.

研究分野：分析化学、分光、高分子

キーワード：近赤外分光法 X線散乱

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

高分子材料の機能発現に関わる構造を分析する方法として、近赤外 X 線同時計測システムを開発した。高分子材料の性質や特性は、原子、分子、高分子鎖、結晶・非晶といった様々なスケールの構造が関わっており、特定の構造を分析するだけでは材料の物性発現メカニズムの全体像を的確にとらえることは困難な場合が多い。

つまり、高分子材料の評価には、異なる計測技術を組み合わせて高分子材料を同時に測定することで、材料の構造を複数のスケール、すなわちマルチスケールで分析することが構想と機能との因果関係を解明する上では非常に重要なポイントといえる。

2. 研究の目的

本研究では、高分子材料の機能発現や劣化のメカニズムを解明するための新たなツールとして異なる計測技術を組み合わせたマルチスケール同時計測技術の開発を目的とし、装置の設計、作成及び実材料を用いた評価によるコンセプトの検証を目指した。

3. 研究の方法

図1に近赤外 X 線同時計測システムの概要を示す。本システムの最大の特徴は近赤外光と X 線の双方が極めて透過性が高く、サンプルを前処理せずとも透過率や散乱を測定できるという特性を活用している点である。このため図2に示されるように、高分子材料の同一個所の近赤外光吸収と X 線散乱を測定することができる。近赤外光の吸収、すなわち近赤外スペクトルからは高分子材料を構成する分子の形状に関する情報が得られる。一方、X 線散乱プロファイルからは結晶構造の大きさに関わる情報が得られる。これらのデータを組み和わせることで高分子の分子レベルでの変化が結晶構造の変化へと伝搬していく様子を分析することが可能になる。

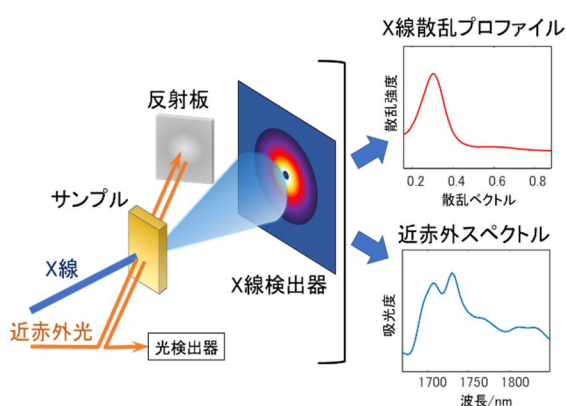


図1 近赤外 X 線同時計測システムの概要

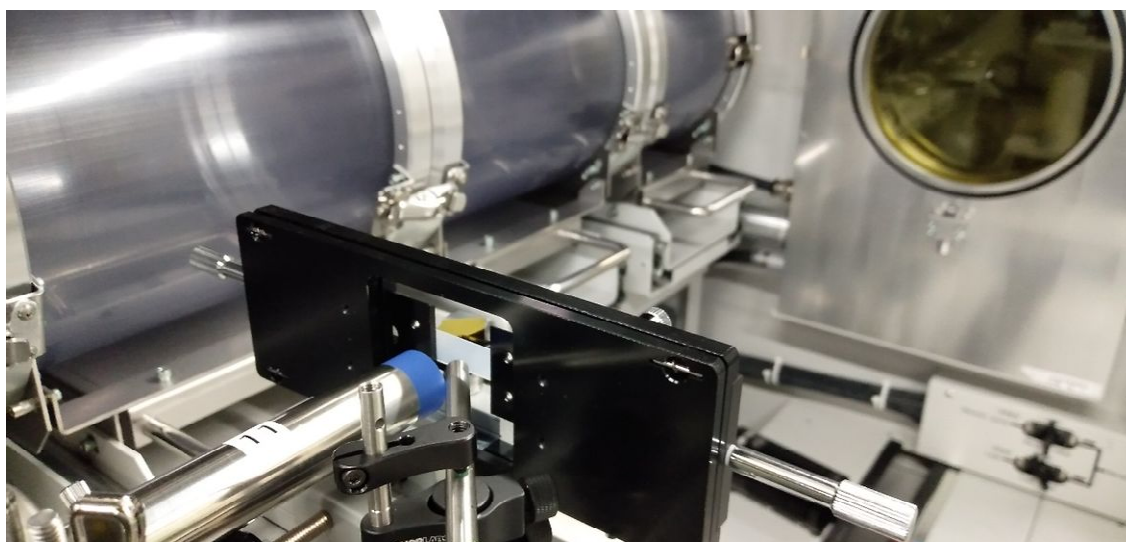


図2 X 線散乱-近赤外吸収の同時計測システムによる測定の様子

4. 研究成果

近赤外 X 線同時計測システムのアプリケーション事例として、ポリプロピレンの劣化による構造変化を本システムで分析した。ポリプロピレンは生産量が多く様々なプラスチック製品に使用されている高分子原料であるが劣化によって脆化しやすいことも知られている。未劣化状態

及び熱によって劣化処理したポリプロピレンを近赤外 X 線同時計測システムで測定したところ X 線散乱プロファイル中の散乱ピークは劣化処理によって q 値が小さくなるほうへシフトした。これはポリプロピレンの結晶ラメラもしくは非晶部分の大きさが劣化によって変化したことを意味する。一方、近赤外スペクトルでは、ポリプロピレンの結晶構造に含まれるヘリックス由来のバンドが劣化によって強度増加することが明らかになった。このことから X 線散乱プロファイルに見られた q 値の変化は劣化によって結晶構造が増大したことが分かる。さらには結晶の成長にはラメラに隣接するアモルファス、すなわちタイ鎖がラメラに組み込まれて弾性変形を担う構造体が消失することを意味しており、ポリプロピレンが劣化によって著しく靱性を低下する仕組みが詳細に示された。

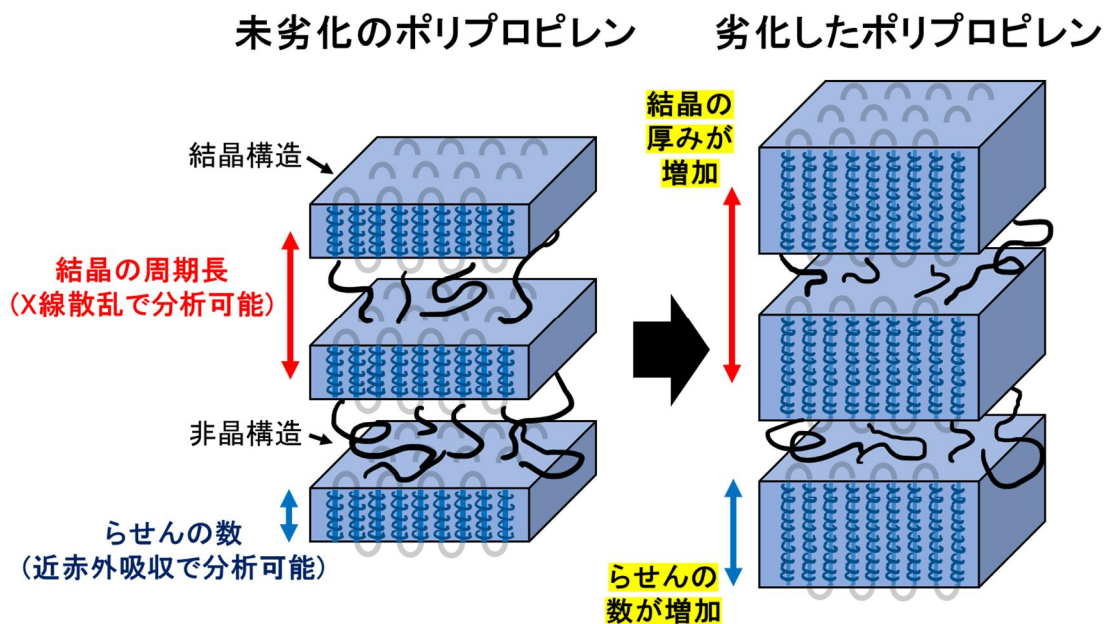


図3 劣化によるポリプロピレンの靱性低下の仕組み

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

プラスチックの劣化状態を非破壊分析するシステムを開発
https://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2023/pr20230228/pr20230228.html

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	古賀 舞都 (Koga Maito) (80733477)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・材料・化学領域・研究員 (82626)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関