

1.Introduction

通信端末は小型化と多機能化のため、使用される部品のサイズを極限まで小さくする必要がある。小型化実現のためナノスケールの材料制御技術が必要とされており、小角散乱測定が対象とする数 nm～数百 nm のサイズ領域は研究対象として非常に興味深い。これまで弊社では、X 線を用いた小角散乱測定 (SAXS) でセラミックスのナノ粒子を樹脂で固定化したコンポジット材料の構造解析を行ってきた。

SAXS からはナノ粒子の情報が得られ、粒度分布の情報や粒子の配列情報の解析が可能である。SAXS ではセラミックスの散乱を選択的に観測している一方で、高分子の小角散乱を観測するのは困難であり構造解析のためには中性子線を用いる必要がある。以上の経緯から中性子小角散乱測定 (SANS) を行いコンポジット中の樹脂の高次構造情報を選択的に取り出すことを試みた。測定の実施にあたり J-PARC の BL20(iMATERIA) で中性子散乱測定を行った。

2.Experiment

本検討ではエーテル結合骨格の樹脂を用い、セラミックスのナノ粒子には SiO_2 を用いた。試料は、樹脂粉末、樹脂単体で固化したもの、ナノ粒子とのコンポジットについて測定を行った。試料詳細を表 1 に示す。

表 1 試料詳細

| # | 実験条件 |
|---|--------------------------------|
| 1 | 樹脂粉末 |
| 2 | 樹脂単体固化 |
| 3 | コンポジット (SiO_2 17wt%) |
| 4 | コンポジット (SiO_2 21wt%) |
| 5 | コンポジット (SiO_2 25wt%) |

樹脂を溶媒に溶解させると粘性が増加し粒子の分散性が向上することが経験的に分かっている。この分散性は速度論的な現象としてだけではなく、コロイドのような化学的構造の影響も推定される。コロイドのような化学的構造の場合、ナノ粒子と樹脂の比率がその構造に影響するのでコンポジットは樹脂とナノ粒子の割合を変化させて比較検討を行った。

測定は J-PARC の BL20 (iMATERIA) の標準セル (Al 製 2cm φ、スペーサー厚み 1mm) を用いて行った。弊社が中性子線を用いた SANS 測定は初めてとなるため、重水素化せずに測定を行った。

3. Results

図 1 に試料#1~5 の測定結果を示す。

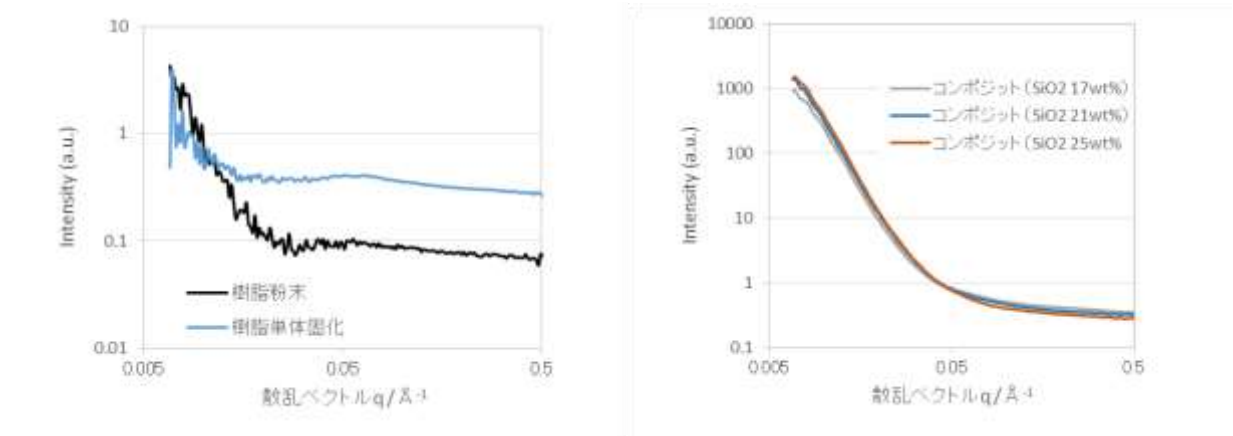


図 1 測定結果

図 1 (左) から $q = 0.05$ にブロードなピークが観測されており樹脂単体で周期的な構造をとる高分子であることが分かる。一方でコンポジットでは過去の SAXS のプロファイルとは大きく異なり、SANS では樹脂特有の小角側に強い散乱とただらかな減衰のプロファイルが得られた。解析ソフト Irena による解析からコンポジットのプロファイルは球構造 (q^4) と架橋網目構造 (q^2) が合わさった構造と推定される。周期構造を有していた樹脂単体がコンポジット中ではランダムな構造をとっていることが SANS により明らかとなった。また、今回のナノ粒子濃度の範囲において顕著な差は見られず、いずれもランダムな構造をとっていることが分かった。

4. Conclusion

今回の測定によりコンポジット中の樹脂の構造を選択的に観測することができた。樹脂の構造はナノ粒子濃度によらずほぼ同じ構造をとっていることが明らかとなった。コロイド状のナノ構造は形成しておらず架橋網目構造をとっていると推定される。今後、樹脂単体の構造とコンポジット状態の構造の関連性についてさらに検討し、より詳細な構造解析を行う。