

放射光X線散乱による リサイクル樹脂材料の構造解析

宮城県産業技術総合センター 材料開発・分析技術部

遠藤 崇正, 伊藤 桂介, 内海 宏和, 曾根 宏, 今野 奈穂, 佐藤 勲征

宮城県産技センターの放射光関連の取組

+ TITLE ▶

県内企業・産技セ

産技セ

放射光利用実地研修（トライアルユース）

【目的】

利用方法の学びと可能性探査

【実施内容】

放射光施設のお試し利用



活用支援FS（R3～）

【目的】

企業課題の解決可能性の検討

【実施内容】

測定と解決可能性の提供



利用普及
・啓発

放射光
利用へ

県内企業・産技セ

放射光利用技術研究会

【目的】

技術高度化、人材育成

【実施内容】

セミナーとディスカッション



技術課題
の提案

成果
フィード
バック

産技セ

県内企業・産技セ

放射光施設利用推進チーム

◎ 目利き力向上

ニーズ調査・先端ラボ機導入

◎ 導入した橋渡しラボ機の開放

身の回りにおける便利なプラスチック

プラスチック材料は私たちの生活に欠かせない



<https://www.pakutaso.com/20110613153post-192.html>



<https://www.pakutaso.com/20190540135post-20692.html>



<https://www.pakutaso.com/20180258051post-15258.html>

環境問題への意識の高まりから長寿命化・マテリアルリサイクルの動きが加速
リサイクル材の有効利用はコスト削減・環境負荷低減の観点からも重要

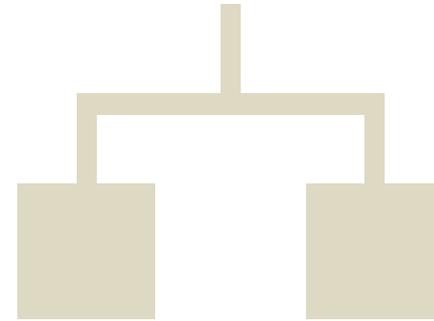
プラスチック再生材の課題

一方で、現場では様々な課題に直面している

品質(物性)の低下



成形不良

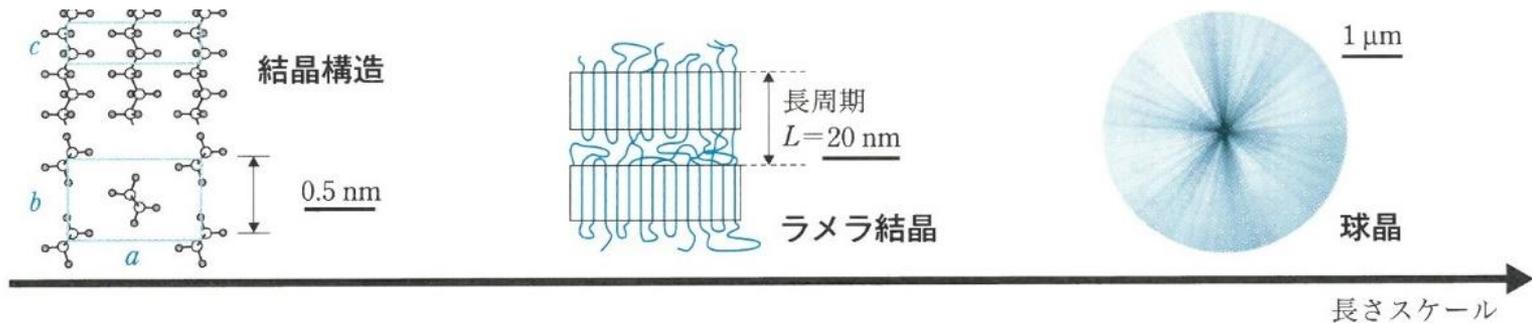


同じ成形条件でも成形不良が出るのはなぜ…??

今後プラスチック再生材の利用が増えることが予想されるため
バージン材と再生材の違いを理解することが重要

高分子の特徴的な構造

一般的に結晶性高分子は各スケールにおいて特徴的な構造を有する
リサイクル材を扱う上では構造の理解は重要



引用：『高分子の構造と物性』松下裕秀 編著

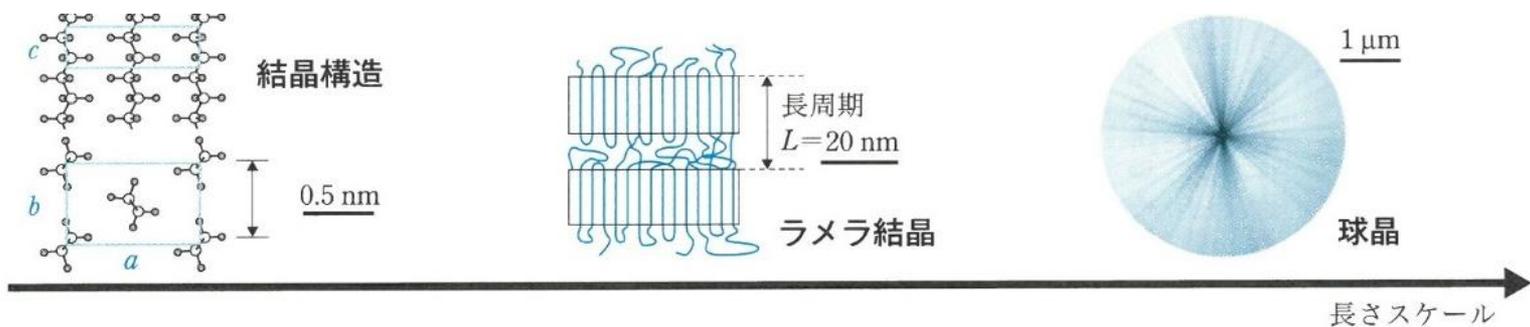
一方で、複雑な階層構造を形成しているため理解が困難
→放射光とラボ機を組み合わせることで構造解析を行う

【目的】

リサイクルを想定したモデル樹脂材料（PP）の構造解析

【実施したこと】

SAXS/WAXSによる構造解析
補間測定（GPC、MFRなど）



引用：『高分子の構造と物性』松下裕秀 編著

リサイクルを想定したモデル材料の作成

二軸押出機による加工プロセスを繰り返してモデル材料（ペレット）を作製



virginペレット

樹脂種	型番
PP(ホモ)	MA3



二軸押出機
(東芝機械製TEM-26SX)



押出回数の異なるペレット

リサイクルを想定したモデル材料の作成

作製した押出回数違いのペレットを用いて射出成形品を作製



押出回数の異なるペレット



樹脂温度 200℃
金型温度 50℃

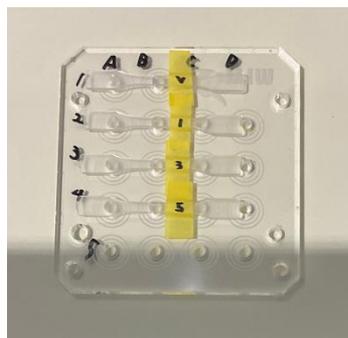
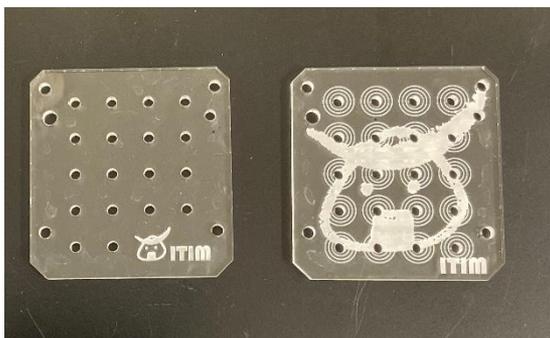


作製したダンベル試験片

ナノテラスでの測定について

Nanoterasu BL08W SAXS

サンプルホルダー

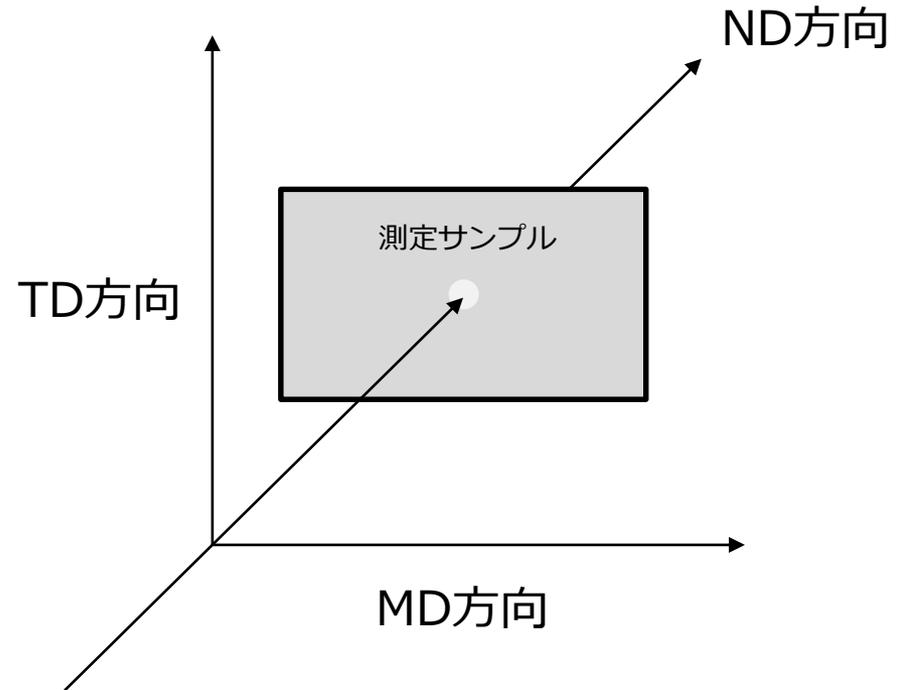
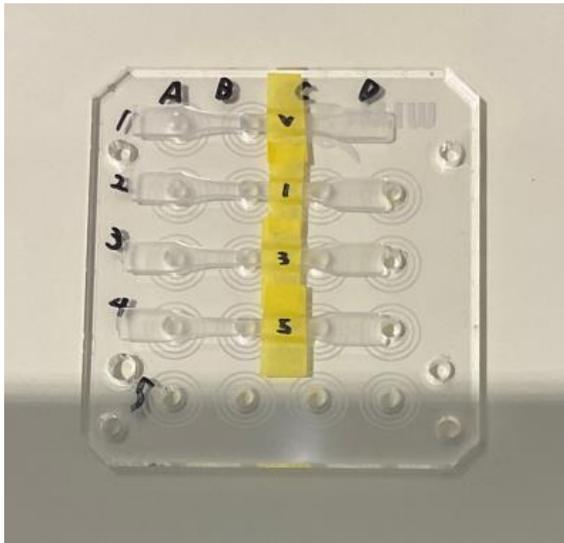


測定条件

- ・ X線エネルギー : 8.1 keV
- ・ カメラ長 : 1600mm
- ・ 露光時間 : 60秒

サンプル設置・X線の照射方向について

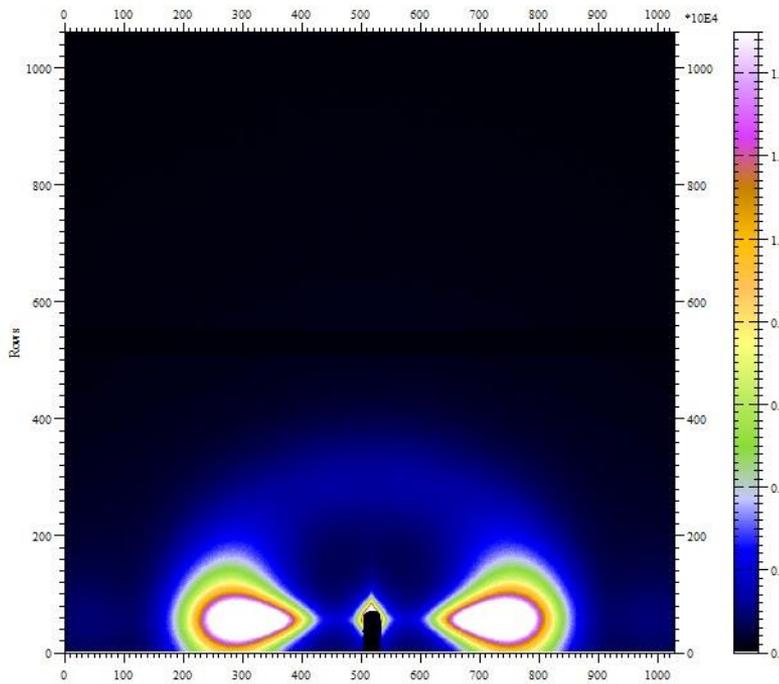
MD方向（成形時に樹脂の流れる方向）にサンプルを設置・ND方向にX線を照射



SAXS測定結果

特定方向（MD方向）に強い散乱が観測
押出回数を増やすと散乱強度が低下する

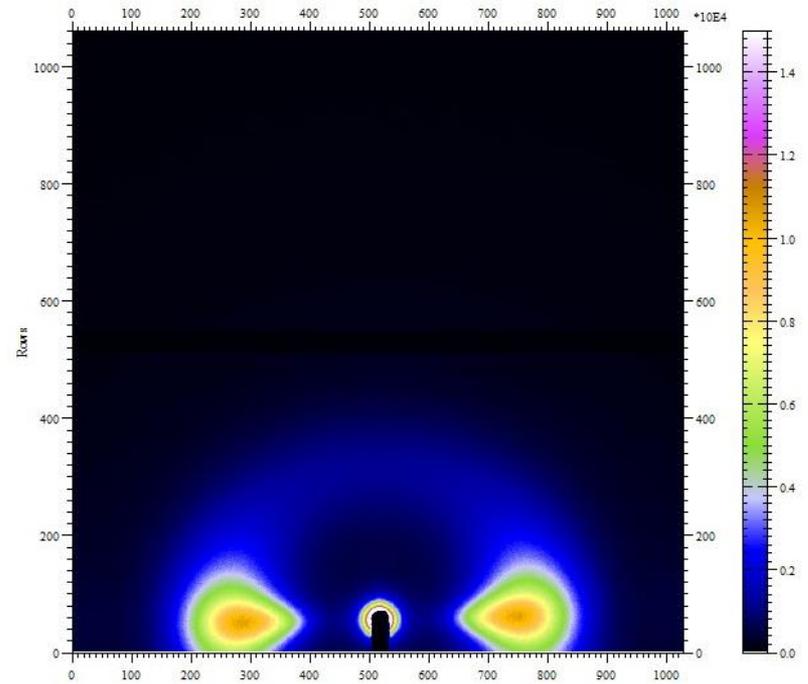
virgin



MD方向



5cycle

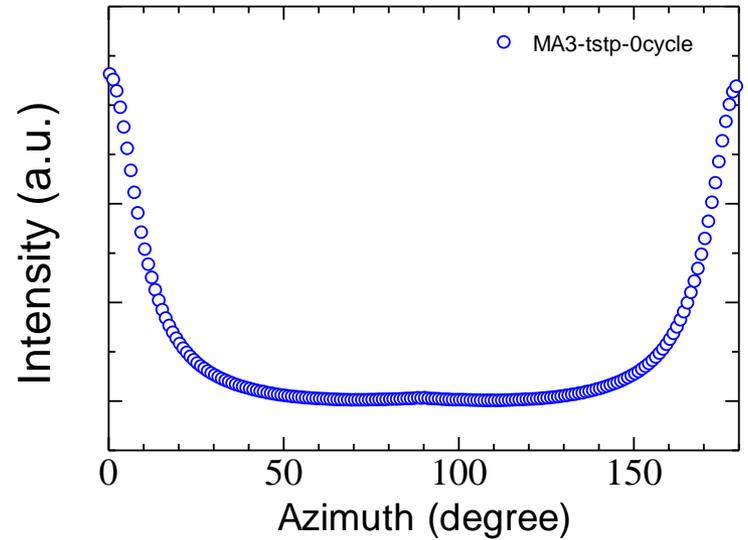
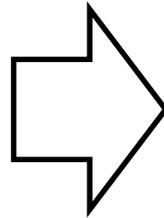
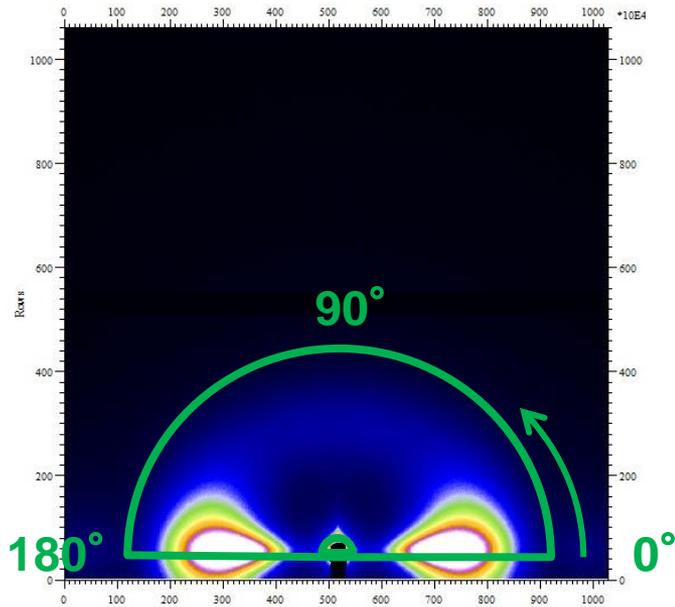


MD方向



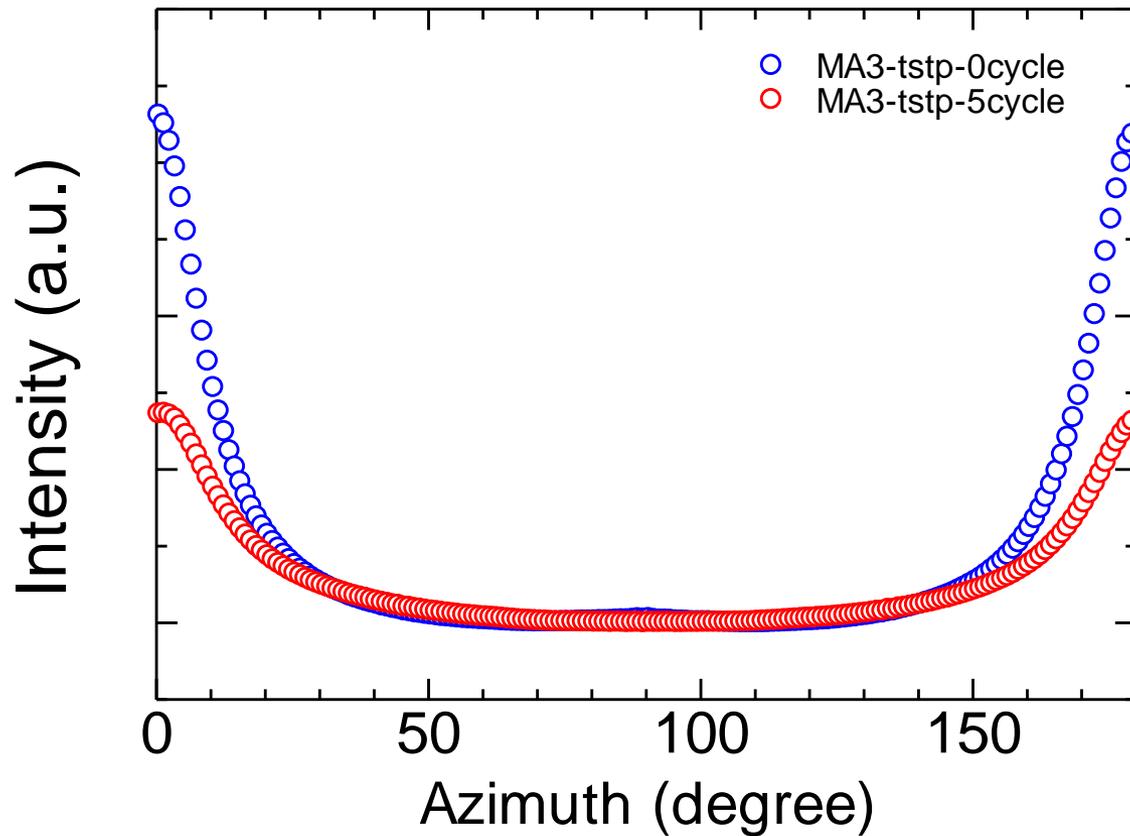
SAXS測定結果

アジマスプロットを作成



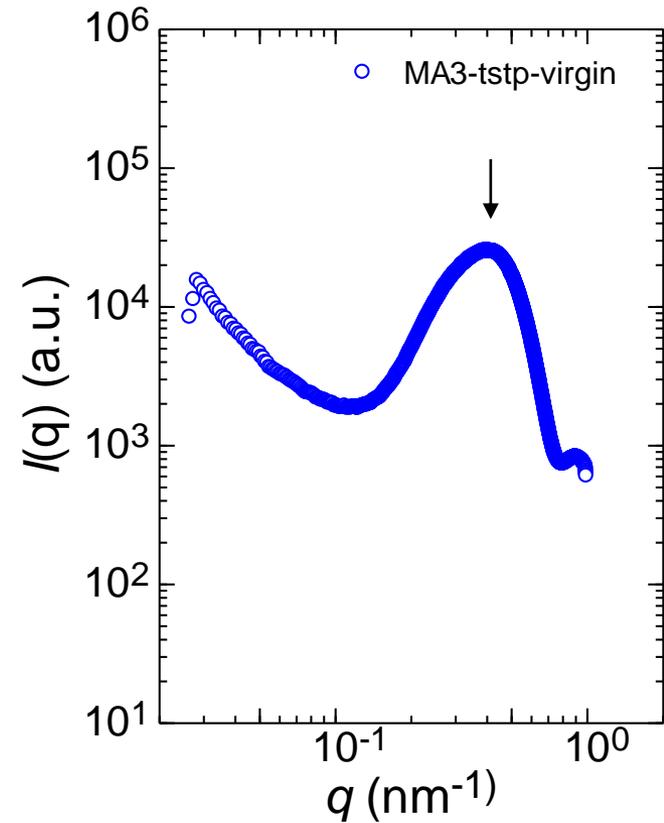
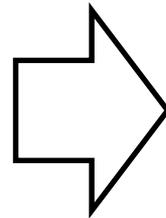
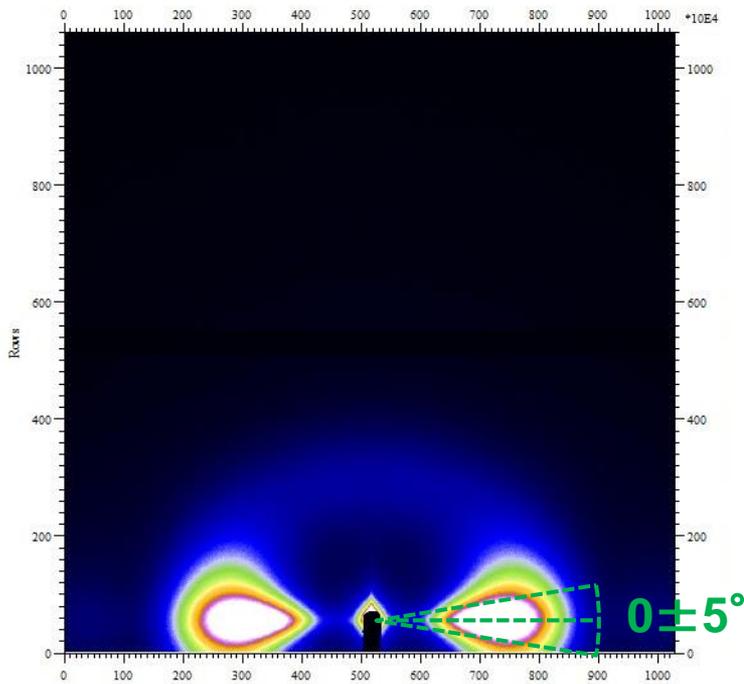
SAXS測定結果

押し出し回数を増すと特定方向（0, 180 deg付近）の散乱強度が低下



特定の範囲で一次元化

virgin

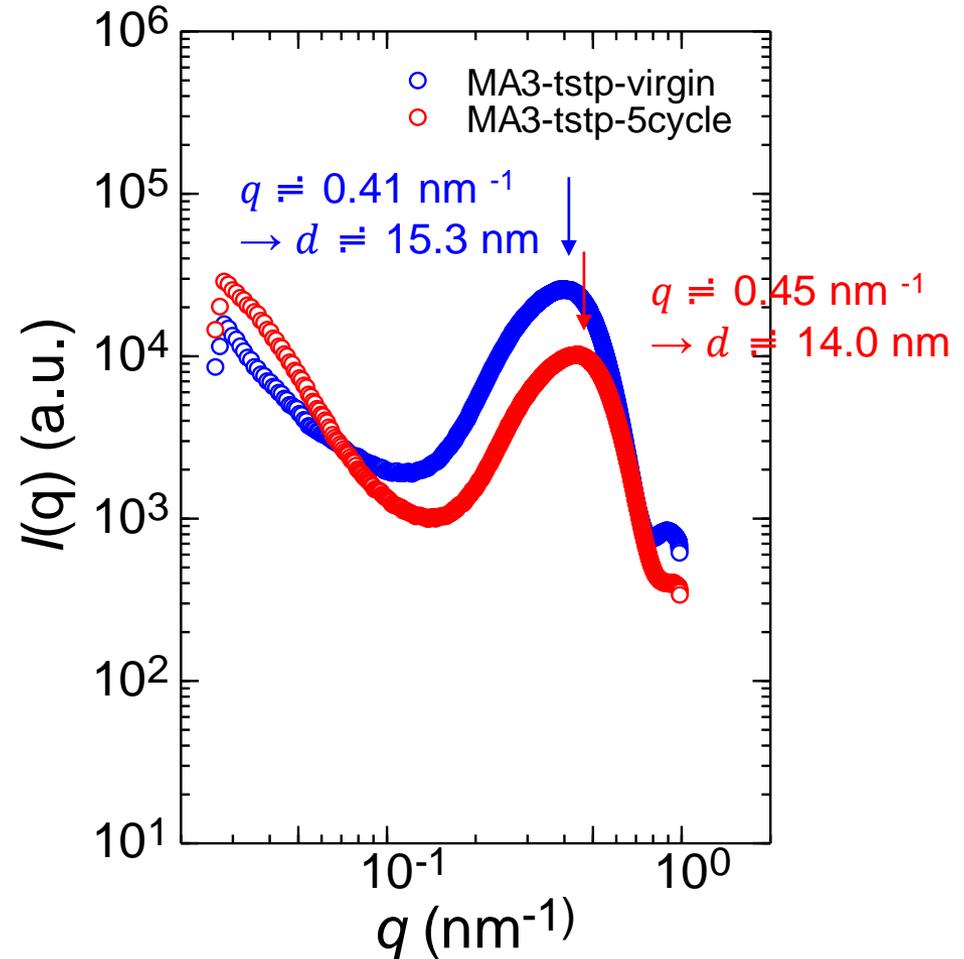


ラメラ周期に相当するピークが観測

$$d = \frac{2\pi}{q}$$

d : 実空間スケール (nm)

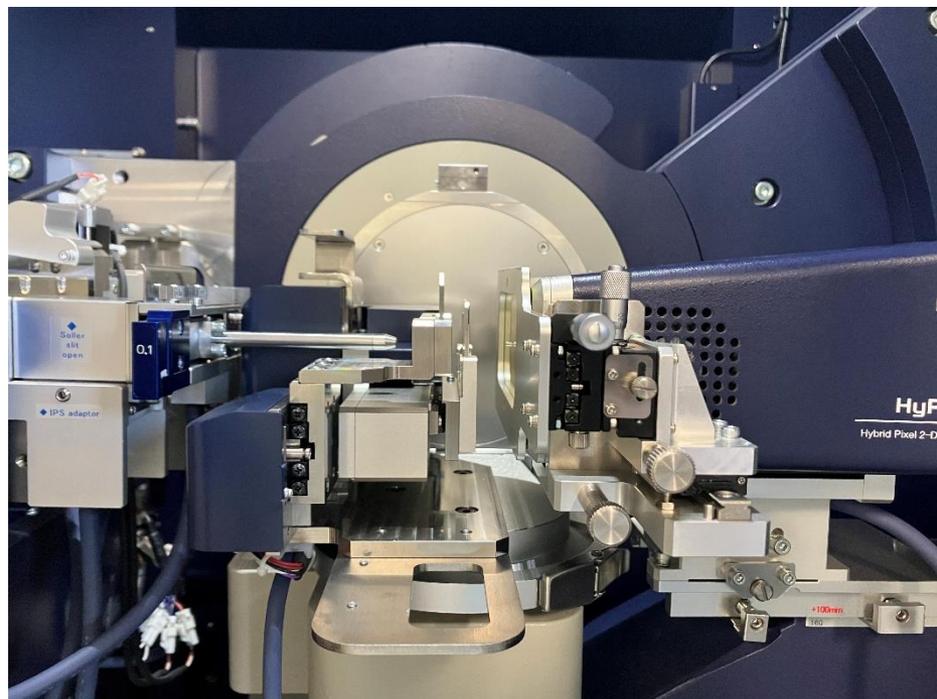
q : 散乱ベクトル (nm^{-1})



WAXS測定



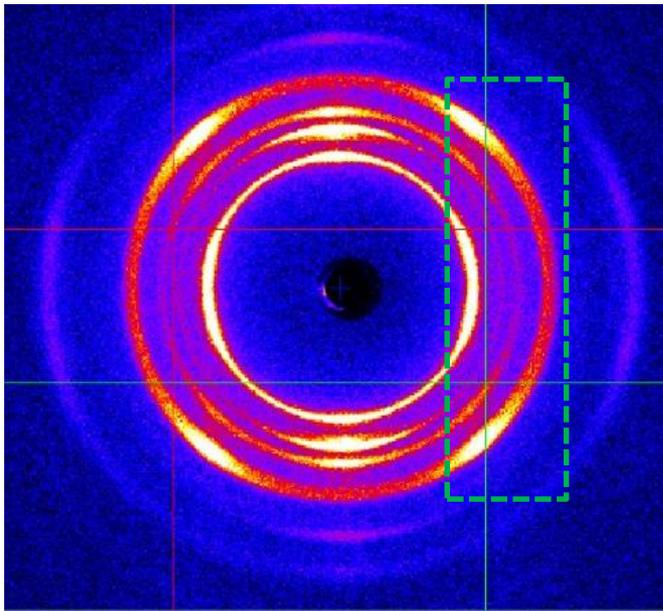
(宮城県産技セHPより)



WAXS

押出回数を増やすと、アーク状の散乱が等方的に広がっていく

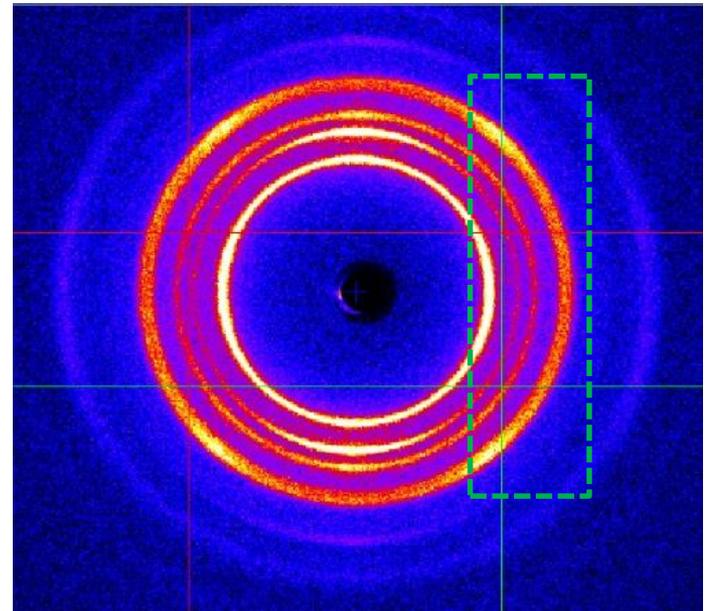
virgin



MD方向



5cycle

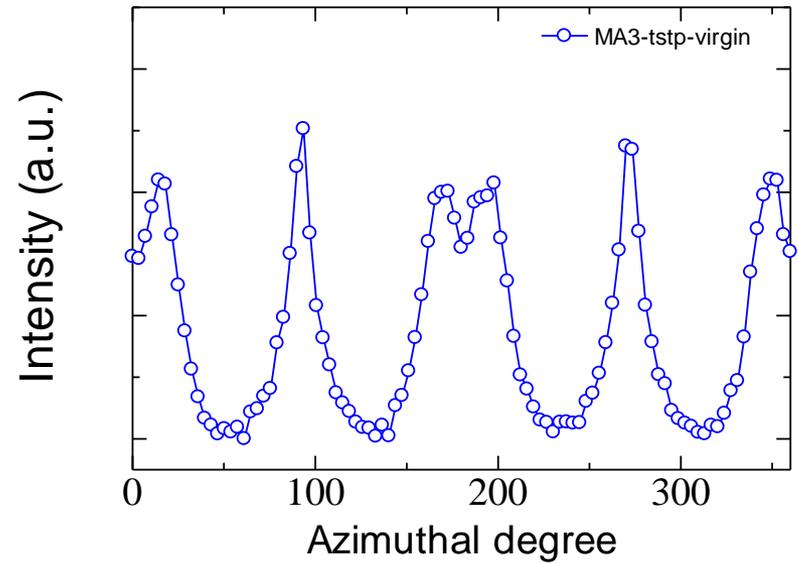
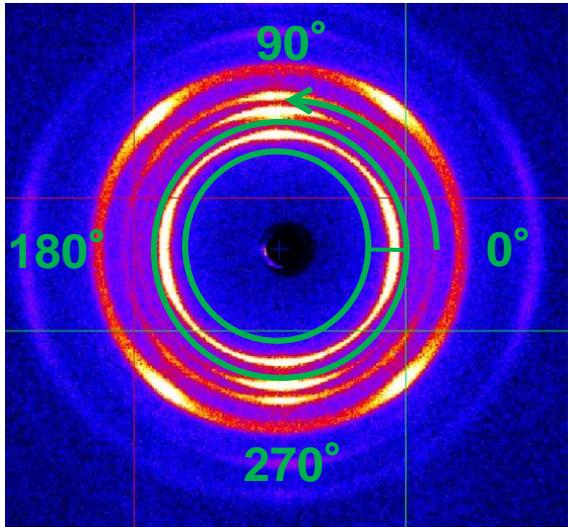


MD方向

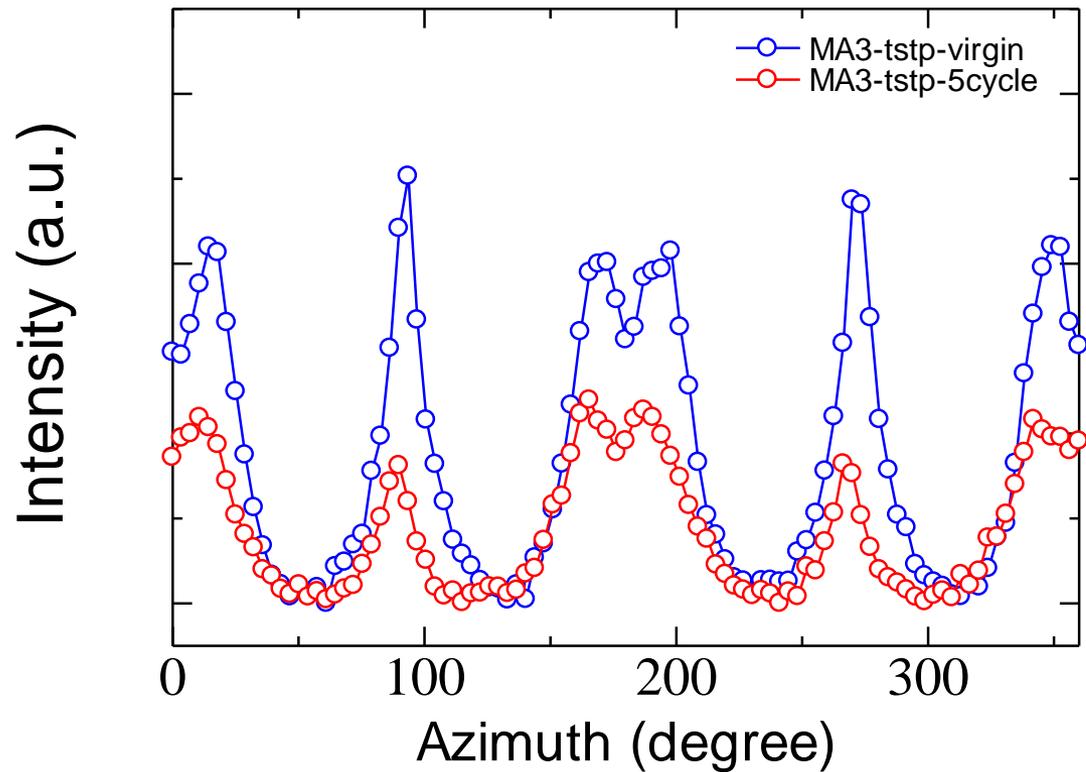


WAXS

(110)面のピークに着目してアジマスプロットを作成



押出回数を増すと特定方向の散乱強度が低下する



GPCによる分子量測定結果

押出回数を増やすと分子量が低下する

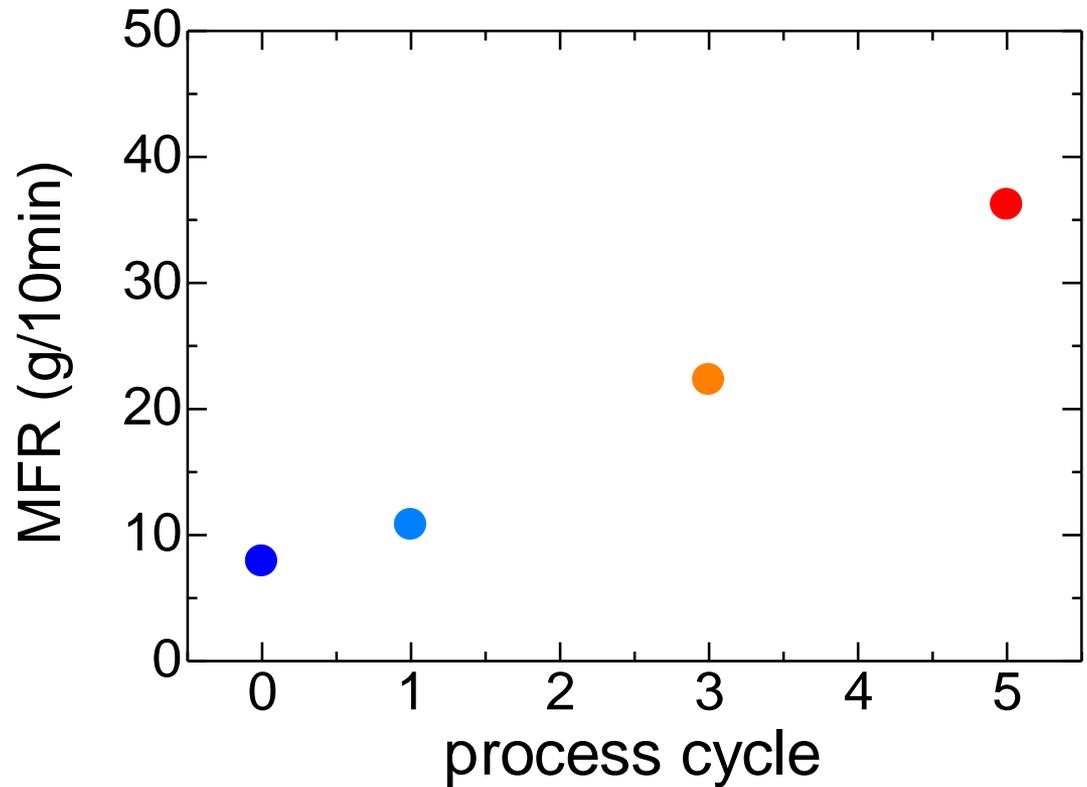
試料名	数平均分子量	重量平均分子量	z平均分子量	多分散度	
	Mn	Mw	Mz	Mw/Mn	Mz/Mw
Virgin	55500	385000	1330000	6.94	3.45
5cycle	50900	238000	592000	4.68	2.49

メルトフローレート測定結果

押出回数を増やすとMFRは増加する傾向



メルトインデックサ
(宮城県産技セHPより)



JIS K 7210-1準拠、測定条件：230℃、2.16kg

まとめ

【目的】

リサイクルを想定したモデル樹脂(PP)材料の構造解析

【実施したこと】

成形サイクル数の異なるPPのWAXS/SAXS測定など

【わかったこと】

(成形サイクル数の増加に伴い)

- ・ ラメラ構造の配向が乱れる
- ・ 分子量低下
- ・ 流動性上昇

繰り返しの利用によって高分子の構造変化が起きている可能性あり
高分子材料の構造を調べるうえで、放射光は非常に強力なツールの一つ

謝辞

本研究の実施にあたり多大なご支援・ご協力をいただきました皆様に厚く御礼申し上げます。

仙台市経済局イノベーション推進部 リサーチコンプレックス推進室
齋藤理奈 様
千葉有世 様

一般財団法人 光科学イノベーションセンター
八木直人 様

コアリション研究推進部
小川英之 様

東北大学 研究推進部 ナノテラス共創推進課
久保田啓義 様



宮城県産業技術総合センター

INDUSTRIAL TECHNOLOGY INSTITUTE. MIYAGI PREFECTURAL GOVERNMENT



〒981-3206

宮城県仙台市泉区明通 2 丁目 2 番地

TEL 022-377-8700 FAX 022-377-8712

Web www.mit.pref.miyagi.jp

・仙台駅より車で40分 / 東北自動車道 泉I.C.より15分

・地下鉄泉中央駅より路線バスで約25分

3 番乗り場 ▶ 「宮城大学前経由 泉パークタウン車庫」行き
「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」下車徒歩3分

・仙台駅より路線バスで約40分

バスプール 2 番乗り場 ▶ 「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」行き
「宮城大学・仙台保健福祉専門学校前」下車徒歩3分