

Title	X線二次元回折画像の精密データ処理と高分子構造解析への応用
Author(s)	田中, 高太郎
Citation	
Issue Date	1999-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/2587
Rights	
Description	Supervisor:佐々木 伸太郎, 材料科学研究科, 修士

X線二次元回折画像の精密データ処理と高分子構造解析への応用

田中 高太郎 (佐々木研究室)

【はじめに】

高分子材料のX線回折は、結晶構造の解析だけではなく、結晶化度や配向度の評価にも用いられる。しかし、それぞれの目的に対して異なった測定と解析を行なわなければならず、相当な時間と労力を要してきた。近年、イメージングプレート (IP) を用いて散乱パターンを画像データとしてコンピューターに取り込み処理できるようになってきた。本研究では、円筒型 IP を用いて、構造評価処理システム (RAXIS-DS) を構築し、実際の解析に適用した。

【実験】

3種類のポリエチレン試料 (HDPE, LDPE, LLDPE) について測定と解析を行ない、計算処理過程を確認しながら本システムの構築を進めた。これらの試料は溶融後、室温に急冷して結晶化させ、さらに 50 で 17 時間以上熱処理した。RAXIS-DS により Ruland 法を用いて評価した結晶化度と、従来型の粉末X線回折計 (RINT) および熱測定 (DSC) から得られた結晶化度を比較した。さらに、本システムを用いて、ポリ (*p*-フェニレンスルフィド) (PPS) の構造評価を行なった。

【結果・考察】

処理法を変えて作成した PE および PPS 試料について配向度の評価を行なったところ、幾何学条件の異なる RAXIS-DS と平板 IP システムとで同じ結果が得られた。

PE 試料について、結晶化度を評価した結果を表 1 に示す。RINT のデータは従来から確立されているX線回折の手法によるものである。DSC による結晶化度は完全結晶の融解熱に基づいて評価した。これより、本システム (RAXIS-DS) によって迅速かつ正確に結晶化度が推定できることが分かった。

PPS については、粉末状の試料を溶融紡糸し室温で急冷させた試料と、さらにその試料を 100 から 240 までの様々な温度で 4 時間以上熱処理をした試料を用いて測定と解析を行なった。熱処理とともに回折線が鋭くなっており結晶の秩序が増していることが分かった。しかし、結晶化度にはほとんど変化が見られなかった。(表 1)

以上のことから、RAXIS-DS システムにより、迅速かつ正確な構造解析を行なうことが可能になった。

表 1 3つの方法で評価した各試料の結晶化度

sample	RAXIS-DS	RINT	DSC
HDPE	54%	54%	55%
LDPE	44	44	24
LLDPE	43	46	20
PPS quenched	25	—	27
PPS annealed at 240	25	—	27

keywords

X線回折, 結晶化度, 配向度, イメージングプレート