


実験報告書様式(一般利用課題・成果公開利用)

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2015/6/17 承認者 Approver Kaoru Shibata 提出日 Date of Report 2015/6/16
課題番号 Project No. 2015A0077 実験課題名 Title of experiment 中性子準弾性散乱法による架橋フェノール樹脂中に 拘束されたメタノール分子拡散挙動の解析 実験責任者名 Name of principal investigator 首藤 靖幸 所属 Affiliation 住友ベークライト株式会社	装置責任者 Name of Instrument scientist 柴田 薫 装置名 Name of Instrument/(BL No.) DNA/BL02 実施日 Date of Experiment 2015/4/27-29

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
<p>【試料】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・サンプル 1: 重水素化フェノール樹脂硬化物(d-PR) / メタノール(h-MeOH)混合物 (h-MeOH 含有量 8wt%) ・サンプル 2: 重水素化フェノール樹脂硬化物(d-PR) / 重メタノール-d₄(d-MeOH)混合物 (d-MeOH 含有量 8wt%) <p>d-PR は、重水素化フェノールと重水素化ホルムアルデヒド重水溶液を用いて蔞酸存在下で合成した重水素化ノボラックと、ヘキサメチレンテトラミンを 100/13(wt/wt)でドライブレンドした後、175°Cで 3 分間圧縮成形することで作製した。得られた成形品と h-MeOH あるいは d-MeOH を耐圧容器に封入し、80°Cで 70 時間、加熱・加圧処理することで、メタノールまたは重メタノールを 8wt% 含む樹脂サンプルを得た。</p>

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>【実験方法】</p> <p>サンプル 1 (d-PR/h-MeOH)およびサンプル 2 (d-PR/d-MeOH)は 0.2 mm メッシュを用いて遠心粉碎機により粉碎した後、アルミ箔上に厚さ 1 mm になるように敷き、同心円筒型セルに封入後、ヘリウムガス置換をおこなった。準弾性散乱測定は高分解能モード($\Delta E = 3.5 \mu\text{eV}$)を用い、室温($T = 296 \text{ K}$)でおこなった。</p> <p>【実験結果】</p> <p>Figure 1 にサンプル 1(d-PR/h-MeOH)およびサンプル 2 (d-PR/d-MeOH)の二次元準弾性散乱プロファイルを示す。サンプル 1 では高 q 領域において準弾性散乱の広がり観測されたが、サンプル 2 では明確な準弾性散乱の広がり観測されなかった。サンプル 1 と 2 の差はメタノールの H/D コントラストに由来することから、サンプル 1 で観測された準弾性散乱の広がり樹脂中に含まれるメタノールの拡散に由来するものであると推定される。得られた準弾性散乱プロファイルを詳細に分析するため、運動性成分がローレンツ関数で記述できるものと仮定し、一次元プロファイルのフィッティングをおこなった。サンプル 1 のフィッティング結果を</p>

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

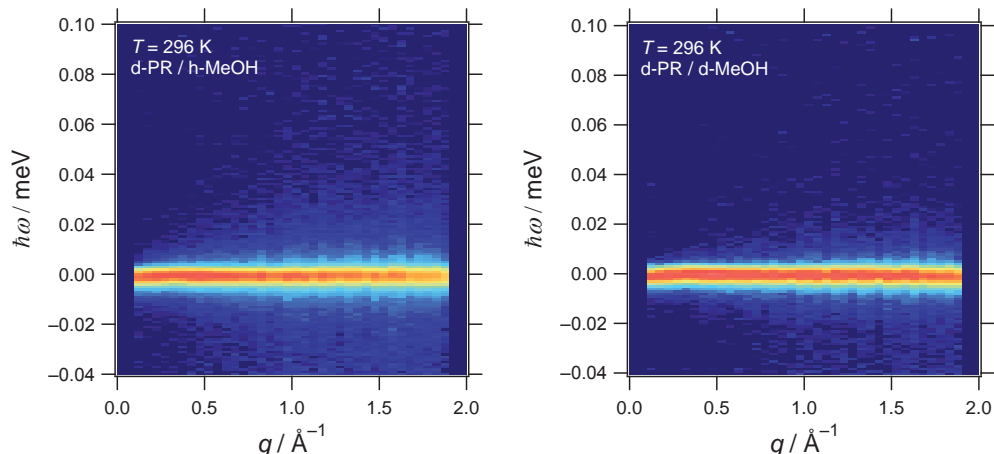


Figure 1. Quasielastic neutron scattering profiles of sample 1 (d-PR/h-MeOH) (left) and sample 2 (d-PR/d-MeOH) (right) measured at $T = 296$ K with $\Delta E = 3.5$ μeV .

Figure 2(a)に示す。この結果から準弾性散乱プロファイルにおいてローレンツ関数で表現可能な運動性を有する成分が存在することを確認された。この運動性成分がメタノールに由来するものとし、更にメタノールの拡散が Jump Diffusion モデルで記述可能と考え、 q^2 を横軸にとり、ローレンツ関数のフィッティング結果から得られた半値半幅(HWHM) Γ の変化を Figure 2(b)に示した。

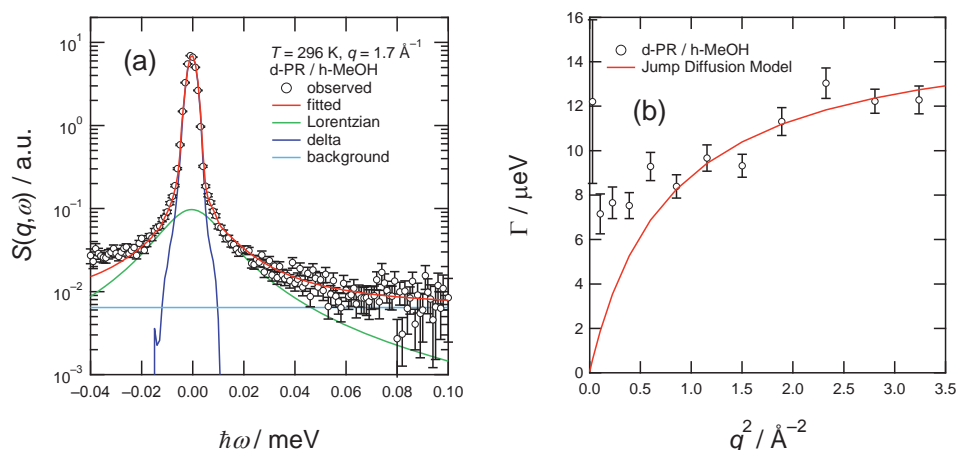


Figure 2. (a) Dynamic structure factor $S(q, \omega)$ of sample 1 (d-PR/h-MeOH) at $q = 1.7$ \AA^{-1} . (b) HWHM Γ dependence on q^2 of sample 1 (d-PR/h-MeOH). Solid line represents a fitting curve estimated from jump diffusion model.

Jump Diffusion モデルによるフィッティングカーブでは高 q 領域における Γ の変化をうまく表現できるが、低 q 領域の半値幅の変化を再現するパラメータは得られなかった。この結果は、架橋フェノール樹脂骨格中のメタノールの拘束されたダイナミクスを表現する上で Jump Diffusion モデルが適切でないことを示唆するが、一方で樹脂骨格に含まれる架橋剤(ヘキサメチレンテトラミン)由来のメチレン(CH_2)が運動性成分として影響していることも考えられる。今後はメタノール非含有樹脂の実験結果の解析やフィッティング関数の再検討をおこない、架橋樹脂中におけるメタノールの運動性を詳細に解析する予定である。