



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。)

 <b>Experimental Report</b> 	承認日 Date of Approval 2017/6/22 承認者 Approver Jun-ichi Suzuki 提出日 Date of Report 2017/6/19
課題番号 Project No. 2017A0107 実験課題名 Title of experiment フェノール樹脂架橋ネットワークにおけるフリーフェノール由来構造の SANS 解析 実験責任者名 Name of principal investigator 和泉 篤士 所属 Affiliation 住友ベークライト株式会社	装置責任者 Name of Instrument scientist 鈴木 淳市 装置名 Name of Instrument/(BL No.) TAIKAN/BL15 実施日 Date of Experiment 2017/05/15-16

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.

<p>1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.</p> <p>測定試料は、重水素化ノボラック樹脂(NVD; D 体)、フェノール(PhOH; H 体)、ヘキサメチレンテトラミン硬化剤(HMTA; H 体)の混合物を、加熱圧縮成形(175 °C, 5 min)および後硬化(180 °C, 6 h)して得た約 φ23 mm × t1.5 mm の円盤状樹脂である。</p> <p>NVD は文献に従い合成を行った後[1]、高温高真空処理により未反応フェノールモノマー(フリーP)を完全除去したものをを用い、マトリックス樹脂構造とフリーP 由来構造との間にH/D コントラストを付与した。NVD/PhOH 比は 100/0, 95/5, 90/10, 85/15, 80/20 (wt/wt), HMTA 量は NVD+PhOH に対して 12 wt%とした。各処方に対して 175 °C 成形品と 180°C 硬化品の合計 20 水準の試料を準備した。ここで、なお、HMTA は重水素化物の入手が困難であるため H 体を使用したが、HMTA 由来の架橋点はマトリックス樹脂中でランダム分散していることを過去の SANS 実験により確認済みである[2]。</p>
---

<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。)</p> <p>Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.</p> <p>SANS 測定は室温、常圧下で行い、石英窓を外した BL 保有 Type A セルホルダーに試料を貼り付けて測定を行った。1 試料あたりの照射時間は約 1.5 h とした。結果を Fig. 1 に示す。<math>q &gt; 0.2 \text{ nm}^{-1}</math> の領域においてはフリーP が反応誘起相分離などにより不均一分布していることを示唆する散乱は確認されなかった。なお、試料間の散乱強度差は、フリーP として添加した H 体 PhOH に由来する非干渉性散乱に起因するものであり、また <math>q = 10\text{--}20 \text{ nm}^{-1}</math> に観察されるピークは樹脂のアモルファスハローに由来する散乱である。</p> <p>よって、現時点では数十 nm オーダー以下の空間領域においてフリーP はランダム分散した状態で架橋ネットワーク構造に取り込まれていると結論付けている。</p>
--

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

一方、 $q < 0.2 \text{ nm}^{-1}$  の小角側の散乱強度立ち上がりに差が見られ、 $180 \text{ }^\circ\text{C}$  硬化によって散乱強度が変化する挙動が観察された。これらは成形および硬化プロセス中に生じたナノボイド由来の散乱という可能性もあるが[2]、より大きな空間スケールでの不均一性が存在する可能性を示唆する結果である。今後、更に小角側( $q = 0.01\text{--}0.1 \text{ nm}^{-1}$ )の USANS データ取得を行い、更に SAXS と合わせた相補解析を行うことで架橋ネットワーク構造に取り込まれたフリーP 由来構造を明らかとしたい。

### 参考文献:

[1] A. Izumi et al., *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 2011, **49**, 4941–4947.

[2] A. Izumi et al., *Soft Matter*, 2012, **8**, 8438–8455.

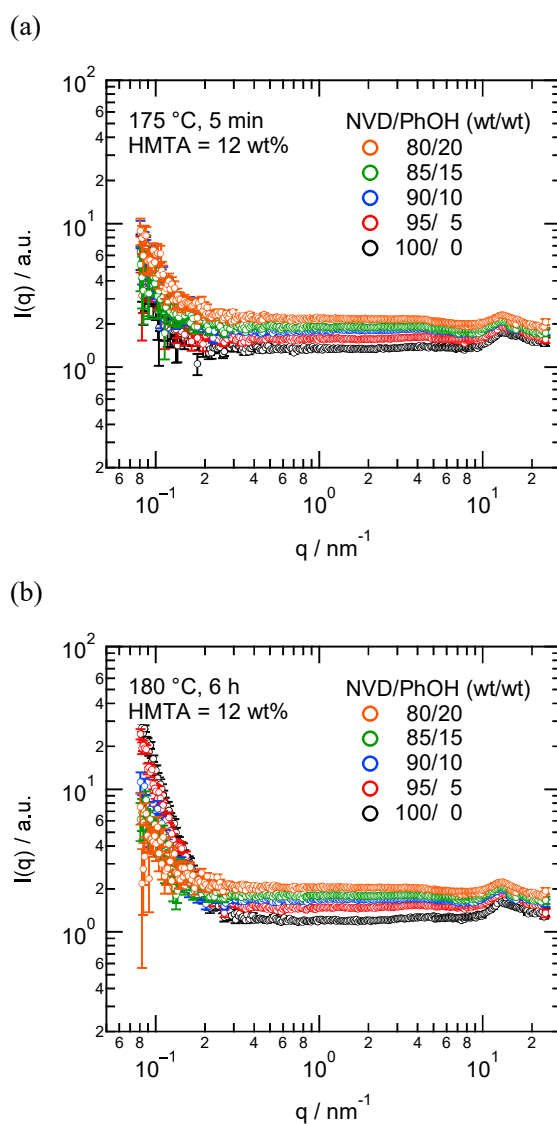


Fig. 1 フェノール樹脂成形品の SANS: (a)  $175 \text{ }^\circ\text{C}$ , 5min, (b)  $180 \text{ }^\circ\text{C}$ , 6 h。