

# 構造解析技術のポリプロピレン材料開発への適用

住友化学株式会社

石油化学品研究所

桜井 孝至  
山越 静人  
渡邊 堅二  
梅垣 直哉

## Application of Material Characterization to Research & Development of Polypropylenes

Sumitomo Chemical Co., Ltd.

Petrochemicals Research Laboratory

Takashi SAKURAI

Shizuto YAMAKOSHI

Kenji WATANABE

Naoya UMEGAKI

Value-added polypropylene is one of the industrial materials desirable for saving energy and reducing stress on environment. As the material performance becomes multi-functional and advanced, material characterization plays an important role because of the complicated material characteristics. The speedy application of suitable characterization methods is very effective for promoting the research and development activities. In this article, we introduce some examples of the application to evaluate polypropylene film and compound.

### はじめに

ポリプロピレンは、軽量、高剛性、高コストパフォーマンスなどの特徴を生かし、食品包装や家電製品、自動車などの工業部品として、多くの産業分野で利用されている。また、近年では省エネルギー化や低環境負荷の実現に貢献する付加価値の高いポリプロピレンがある。新たな機能性の付与による「高機能化」をはじめ、力学性能の向上による「軽量化」を目指した研究開発が盛んである。今後も、より多くの製品においてポリプロピレンに対する要求は高まっていくことが予想され、そのために、触媒や重合プロセスの制御技術、コンパウンド技術や成形加工技術の更なる高度化が必要とされる。

材料の高付加価値化が進むにつれて、開発における構造解析やシミュレーションなど基盤解析技術の重要性がこれまで以上に高まっている。ポリプロピレンなどの結晶性高分子では、サブナノメートルからマイクロメートルに及ぶ幅広いスケールの階層構造が形成される。ナノスケールで観察される「結晶」、「非晶」構造や複合材料の「界面」構造をはじめ、ミクロンスケールで観察される「球晶」構造や複合材料の「相

構造などの観察に至る多くの解析対象において、その構造が複雑になるに従い、データの解析、解釈が複雑になってきている。また、構造と物性との相関を解明するためには、実際に材料が変形、固化する過程において構造が変化していく様子をその場観察するといった高度な構造解析技術が必要となってくることが多い。このような状況のもと、当社では、研究開発の成果を効率とスピードをもって事業化するため、既存解析技術のブラッシュアップをはじめ社外研究機関との連携などにより、基盤解析技術の強化に向けた取組みを積極的に進めている。

本稿では、構造解析技術のポリプロピレン材料開発への適用について、フィルムや複合材料における最近の事例を通して紹介する。

### フィルムの構造解析

#### 1. キャパシタ向けフィルムへの適用

ポリプロピレンフィルムは、食品包装、産業用資材、医薬品やエレクトロニクス製品など多岐にわたる分野で用いられている。近年では、包装用の薄肉フィルムをはじめとして、キャパシタ向けフィルム、食品用の

レトルトフィルムや工業用プロテクトフィルムといった高付加価値フィルムの需要が市場において拡大している。

「キャパシタ」とは、電荷の貯蔵、放出を担う蓄電器のことであり、日本では「コンデンサ」という名称も広く使用されている。ハイブリッド車の需要拡大や電気自動車の製品化にともない、大容量キャパシタの実現に向けた研究開発が盛んになってきている。Fig. 1に、旋回型のキャパシタの概略図を示す。絶縁破壊電圧が高く誘電損失も小さいというポリプロピレンの特徴から、キャパシタの誘電体としてポリプロピレンフィルムが用いられる。

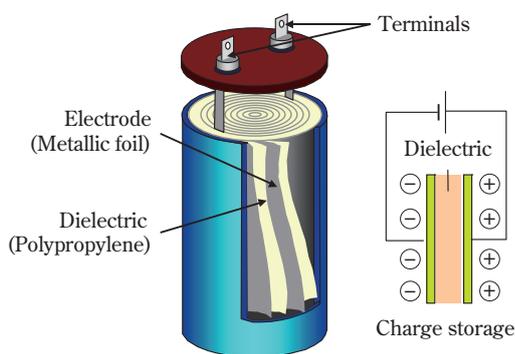


Fig. 1 Structure of a capacitor and mechanism of charge storage

キャパシタ向けポリプロピレンフィルムは、工業的にはFig. 2に示すような逐次二軸延伸加工によって製膜される。逐次二軸延伸では、はじめに、ダイから押出された熔融樹脂が固化し原反フィルムが製膜される。次に、縦延伸工程において、複数個のロールを使用し、そのロール回転速度差を利用して原反フィルムを延伸する。その後の横延伸工程において、縦延伸方向と直交する方向にフィルムを延伸することによってフィルムが製膜される。

キャパシタ向けポリプロピレンフィルムでは、絶縁油の含浸性を付与するために、フィルム表面に“適度な”表面粗さを形成させる必要がある。これは表面の平滑性が重要な通常の包装フィルムと比較して、大きな特

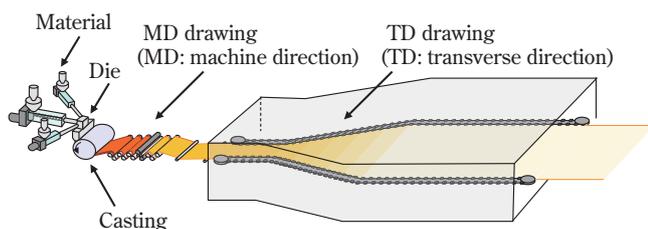


Fig. 2 Schematic illustration of sequentially biaxial drawing process

徴の一つとなっている。なお、表面を粗面化する方法として、ポリプロピレンの「結晶多形を利用する」方法が有効であるとされている<sup>1)</sup>。

「結晶多形を利用する」方法では、製膜時に結晶転移などの現象を伴うことから、フィルムの構造制御が非常に複雑なものとなって来る。そのため、粗面化のメカニズム解明や粗面形状の制御技術などを構築するうえで、フィルムの延伸挙動を観察する構造解析技術が重要な役割を果たす。ここでは、「延伸挙動の観察」技術について、キャパシタ向けポリプロピレンフィルムへの適用事例を紹介する。

## 2. キャパシタ向けポリプロピレンの特徴

食品包装フィルムなどを逐次二軸延伸により製膜する際に用いられる原反シートの多くでは、ポリプロピレンの $\alpha$ 型と呼ばれる結晶 ( $\alpha$ 晶) からなる球晶構造 ( $\alpha$ 型球晶) が形成されている。しかしながら、キャパシタ向けポリプロピレンの原反シートでは、 $\alpha$ 型とは異なる $\beta$ 型と呼ばれる結晶 ( $\beta$ 晶) からなる球晶構造 ( $\beta$ 型球晶) もしばしば観察される。Fig. 3に、 $\alpha$ および $\beta$ 晶が混在したポリプロピレンの光学顕微鏡像ならびにX線回折パターンを示す。 $\alpha$ と $\beta$ 晶では、結晶の複屈折値が異なるため、直交偏光下での単純な顕微鏡観察において、「 $\beta$ 型球晶」は明るく観察され、「 $\alpha$ 型球晶」と

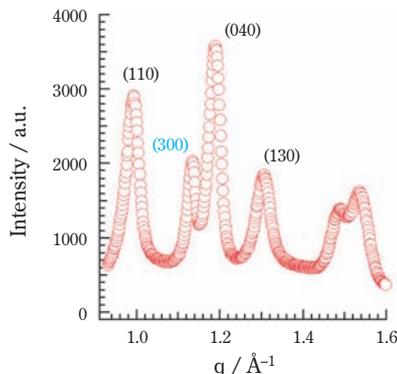
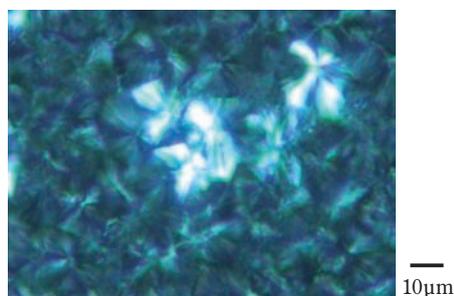


Fig. 3 Optical image and X-ray diffraction pattern of polypropylene with polymorphs: (110), (040) and (130) is the reflection peak of  $\alpha$  crystal and (300) reflection is that of  $\beta$  crystal, respectively

識別することができる<sup>2)</sup>。また、 $\alpha$ と $\beta$ 晶で結晶の単位格子が異なっており、 $\beta$ 晶に特有な回折ピーク（(300)面）が観測されることから、X線回折パターンより、 $\beta$ 晶の存在割合などを評価することができる。なお、 $\beta$ 晶の形成メカニズムについては学術的に未解決な部分が未だに残されているが、原反シートの成形条件や $\beta$ 晶核剤の添加などによって、 $\beta$ 型球晶の大きさ、存在割合や分布が変化することが知られている<sup>3)</sup>。

### 3. 光学顕微鏡による延伸挙動の観察

光学顕微鏡と市販の加熱延伸装置を組み合わせることにより、簡便にフィルムの延伸挙動を観察することができる。このような手法はTOA (Thermo Optical

Analysis) と呼ばれ、キャパシタ向けフィルムの解析にも有効な手法である。Fig. 4に装置の概要を示す。ここでは、逐次二軸延伸の縦ならびに横延伸におけるフィルムの延伸挙動の観察を試みた。

観察された偏光顕微鏡 (POM) 画像をFig. 5に示す。なお、観察に際して、直交偏光下で鋭敏色板を挿入し画像を鮮明化している。縦延伸挙動の観察(A)では、原反シートの表層部をウルトラマイクロームで切削した厚み20  $\mu\text{m}$ のフィルムを使用し、横延伸挙動の観察(B)では、実機で製膜した縦延伸フィルム (厚み80  $\mu\text{m}$ ) をそのまま用いた。延伸温度は、いずれも140 $^{\circ}\text{C}$ である。縦延伸では、高輝度な「 $\beta$ 型球晶」の領域 (図 (a)) が、ネッキングを起こした際に、暗い楕円

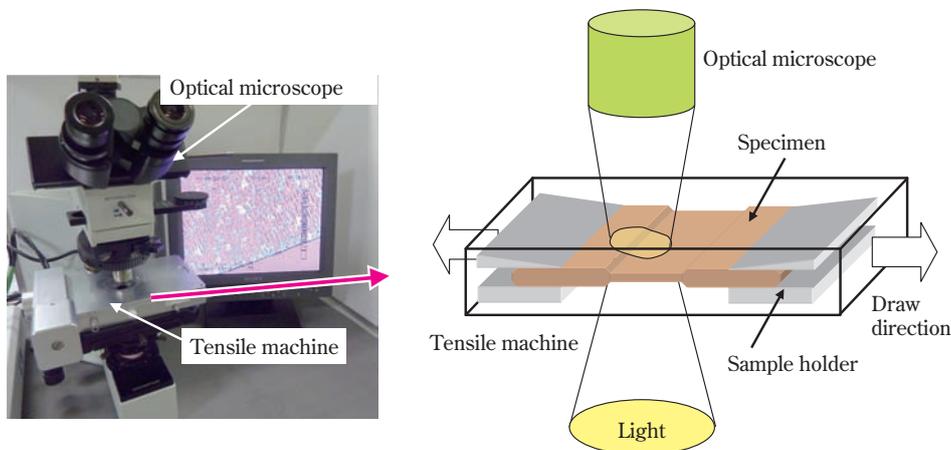


Fig. 4 Experimental system for observing the drawing process by optical microscope

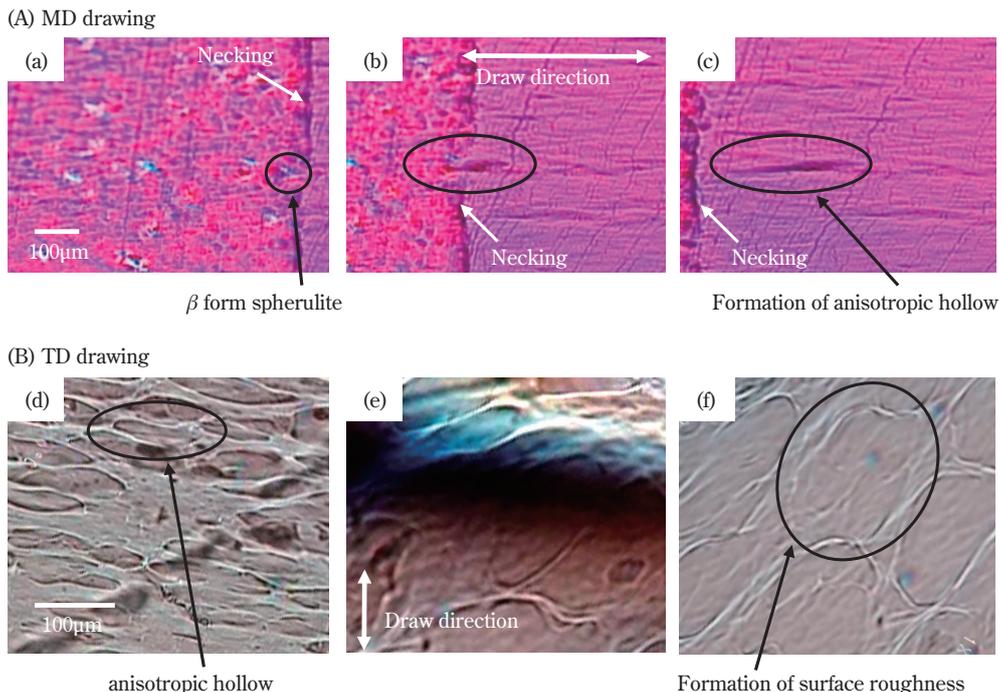


Fig. 5 Optical images of film deformation in (A) MD and (B) TD drawing process

形状 (図 (b)) に変化し、延伸とともにさらに引き伸ばされていく様子 (図 (c)) が観測された。縦延伸した製膜フィルムに形成している「楕円状のくぼみ」(図 (d)) は、「 $\beta$ 型球晶」によるものであることが推定される。また、横延伸では、楕円状のくぼみがフィルムに「表面荒れ」(図 (f)) を形成する様子が明瞭に観察される。このことから、キャパシタ向けポリプロピレンフィルムに形成される表面粗さは、「 $\beta$ 型球晶」がきっかけとなり、縦延伸による「楕円状のくぼみ」の形態を経由して、横延伸によって形成されているものと考えられる。

#### 4. 放射光X線を用いた延伸挙動の観察

ポリプロピレンの $\beta$ 晶は、適当な加熱条件や一定応力下において、 $\alpha$ 晶に結晶転移するなど準安定的であることが報告されている<sup>3)</sup>。一般に、結晶構造の構造解析には、X線回折、散乱法が主に用いられる。その中で、高輝度で高性能な放射光X線を用いた回折、散乱法は、延伸過程における結晶構造の構造変化の様子をより詳細に解析するうえで非常に有用な方法である。その理由の一つに、通常のX線発生装置では測定に数時間を要する結晶構造に関わる情報がミリ秒オーダーで取得できることが挙げられる。これは結晶構造の変化の様子を追跡するに十分な時間分解能である。二つ目の理由として、ミクロンオーダーに細く絞られたX線を線源として、フィルムの局所領域における変形挙動を追跡することが可能となることである。なお、高分子における放射光利用技術の詳細については多くの文献<sup>4)-10)</sup>があり参照頂ければと思う。ここでは、一般的なミリスケールオーダーの「マクロビーム」ならびにミクロンオーダーに細く絞られた「マイクロビーム」X線を用いて、縦延伸挙動を追跡することを試みた例を示す。

はじめに、「マクロビーム」を線源としたX線散乱の広角、小角同時測定を行った。測定は、高エネルギー加速器研究機構のビームライン (BL06A) にて実施した。Fig. 6は、 $\alpha$ と $\beta$ 型球晶が混在する原反フィルム (厚み100  $\mu\text{m}$ ) を縦延伸 (温度120 $^{\circ}\text{C}$ ) した際に得られたX線回折 (WAXD) プロファイルの時間発展の様子である。WAXDピークのピークパターンから、結晶多形に関する情報を得ることができる。また、Fig. 7にWAXDピークの半値幅 (FWHM) の時間発展の様子を示す。FWHMから、結晶の秩序性に関する情報を得ることができる。 $\beta$ 晶のWAXDピークのピーク強度は、フィルムのX線照射位置がネッキングを起こす35secあたりで急激に減少するものの、延伸過程において顕著な変化はない。一方、半値幅は延伸過程で広がっており、延伸に伴い結晶の秩序性が徐々に低下していることがわかる。

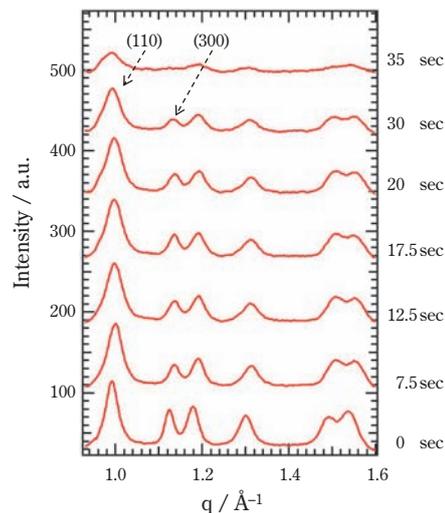


Fig. 6 Time evolution of circular averaged WAXD profiles observed for film with  $\alpha$  and  $\beta$  spherulites during MD drawing

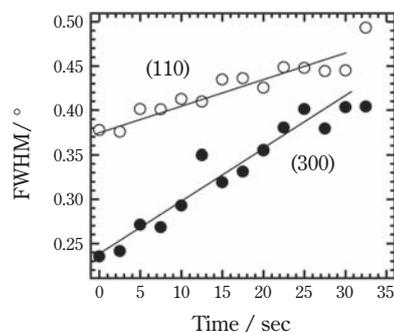
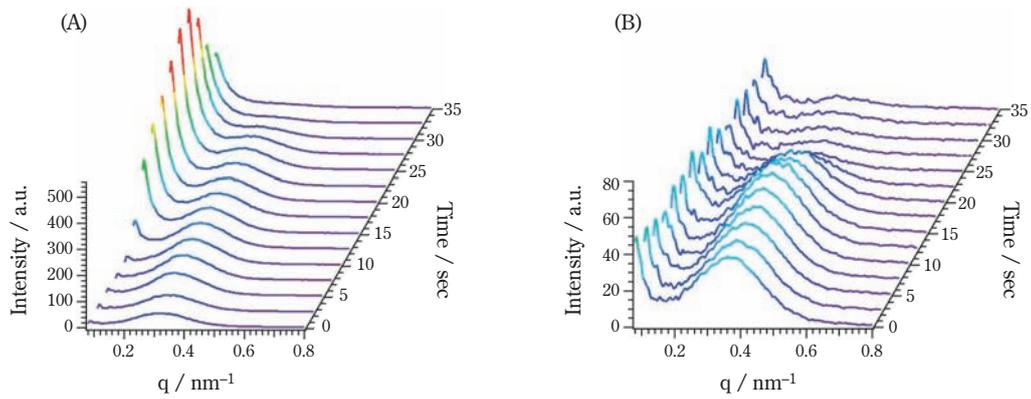


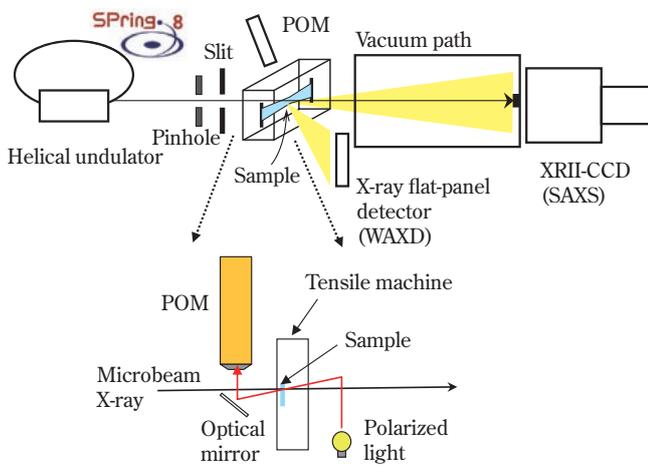
Fig. 7 Time evolution of FWHM (Full width at half maximum) observed for film with  $\alpha$  and  $\beta$  spherulites during MD drawing: open and filled circles are (110) reflection of  $\alpha$  crystal and (300) reflection of  $\beta$  crystal, respectively

Fig. 8は、小角X線散乱 (SAXS) プロファイルの時間発展の様子であり、 $\alpha$ 型球晶のみの原反フィルムと比較したものである。延伸前の段階では、長周期構造と呼ばれる結晶と非晶の繰返し構造の構造周期に由来の散乱ピークがともに観測される。 $\alpha$ と $\beta$ 型球晶が混在する原反フィルムの特徴として、12.5secあたりから、長周期構造に由来の散乱ピーク以外に、マイクロボイドに起因すると思われる強い中心散乱が、 $q < 0.2$ の低波数域において観測されることが挙げられる。なお、Fig. 6のWAXDプロファイルに示すように、この時間域において $\beta$ から $\alpha$ 晶への結晶転移は認められないことから、 $\beta$ 型球晶内あるいは $\alpha$ と $\beta$ 型球晶との界面などで何らかの塑性変形が起きていると推測される。

「マクロビーム」による延伸挙動の観察から、フィルムがネッキングする際に $\beta$ 晶の消失が認められることやネッキング以前から「 $\beta$ 型球晶」が変形に関与している



**Fig. 8** Time evolution of circular averaged SAXS profiles observed for (A) film with  $\alpha$  and  $\beta$  spherulites, and (B) film with only  $\alpha$  spherulites during MD drawing

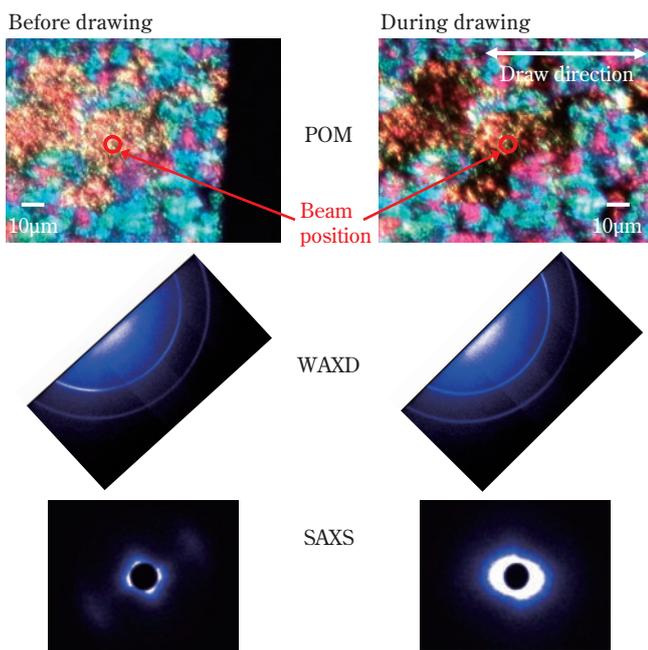


**Fig. 9** Experimental system for microbeam WAXD-SAXS and POM simultaneous measurement

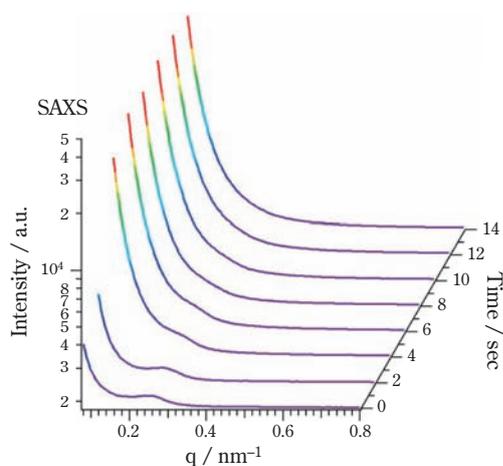
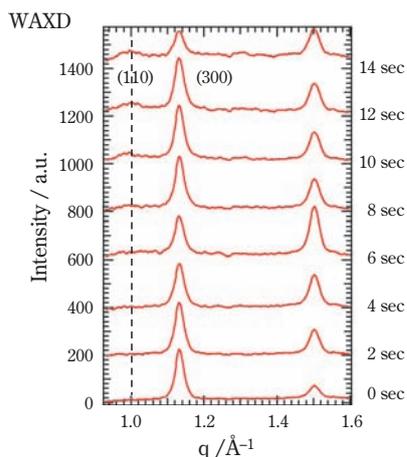
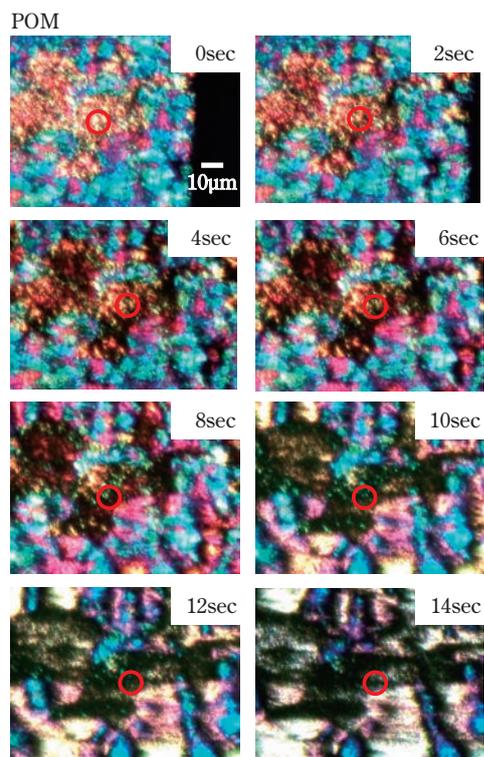
ことなどが示唆された。しかしながら、このマクロビームはビームサイズが球晶サイズに比べ2桁相当も大きいことから、「 $\beta$ 型球晶」が「楕円状のくぼみ」へと構造発展していく様子をはっきりと捉えることはできなかった。

続いて、「マイクロビーム」を線源としたX線散乱のWAXD、SAXS同時測定を行った。測定は、SPring-8のフロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン (BL03XU) において実施した。この専用ビームラインは、高度産業活用を戦略的に行うと同時に、高分子科学の基礎研究を世界一の光源を活かして進めていくことを目的とした「産学連合体」の組織のもと、2010年より稼動したビームラインである<sup>11), 12)</sup>。当社も19企業のなかの一企業として参画している。我々は、測定に先立ち、BL03XUにおいて顕微鏡観察とX線回折、散乱との同時計測技術を構築することを試みた。光学系をFig. 9に示す。10  $\mu\text{m}$ のピンホール挿入によるマイクロビーム光学系に顕微鏡観察システムの光学系を配置することにより、Fig. 10に示すように、高画質でPOM観察を行いながら局所領域の結晶構造の時間発展を追跡することに成功した。

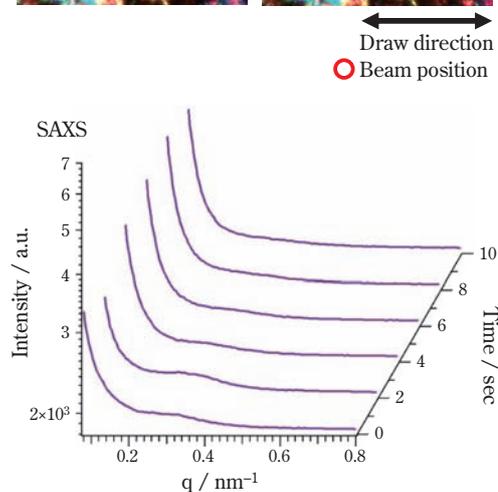
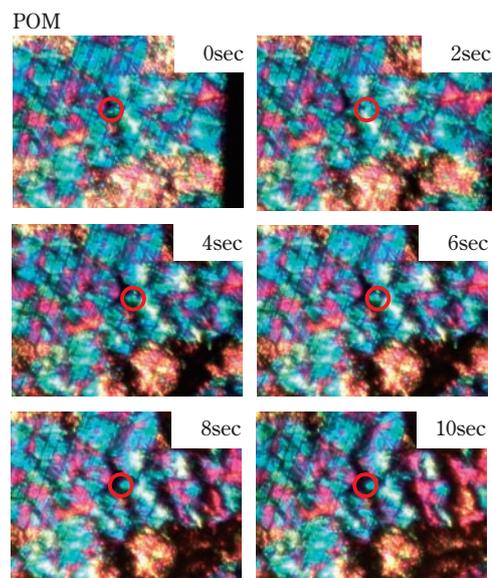
Fig. 11は、 $\alpha$ と $\beta$ 型球晶が混在するフィルムを縦延伸した際のPOM像、一つの「 $\beta$ 型球晶」の“内部”におけるWAXDならびにSAXSプロファイルの時間発展の様子である。ここで、試料には原反シートの断面をウルトラマイクロトームで切削した厚み30  $\mu\text{m}$ のフィルムを用いた。延伸温度は100°Cである。「 $\beta$ 型球晶」が選択的に変形している様子がPOM像から観察され、延伸の早い段階から強い中心散乱がSAXSにて観測されることがわかる。また、 $\alpha$ 晶の形成はPOM像において「 $\beta$ 型球晶」の形態が消失しはじめる10secあたりから認められる。一方、Fig. 12から、一つの「 $\alpha$ 型球晶」の“内部”におけるSAXSプロファイルの時間発展において中心散乱は観測されていないことがわかる。



**Fig. 10** Representative POM-WAXD-SAXS data sets during MD drawing



**Fig. 11** Time evolution of POM images and circular averaged WAXD and SAXS profiles in “a”  $\beta$  spherulite during MD drawing



**Fig. 12** Time evolution of POM images and circular averaged SAXS profiles in “an”  $\alpha$  spherulite during MD drawing

放射光を用いた検討から、キャパシタ向けポリプロピレンフィルムに形成される表面粗さの形成機構に関して有用な知見を得ることができた。今回の実験から、縦延伸過程において「 $\alpha$ 型球晶」と「 $\beta$ 型球晶」との延伸性の違いが「楕円状のくぼみ」の生成の起源に関与している可能性が示唆された。今後、 $\beta$ から $\alpha$ 晶への結晶転移が延伸挙動に及ぼす影響など、さらに機構解明に向けた研究が進展していくものと思われる。

### 複合材料の3次元形態観察

#### 1. 有機繊維強化ポリプロピレンへの適用

環境負荷低減への関心の高まりから、性能や機能など実用特性の向上を図るとともに、「軽量化」も可能とする材料の開発が望まれている。家電製品や自動車部材などの製品においては、金属、エンジニアリングプラスチック等の材料からポリプロピレン系材料への

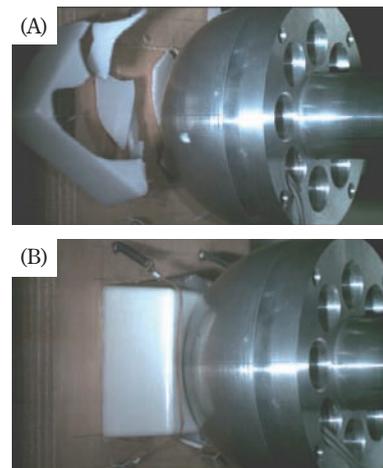
代替が進んできている。代替するにあたり、ポリプロピレンの機械物性の改良は必要不可欠であり、「繊維との複合化」は効果的な手法の一つである。すでに実用化されているガラス繊維強化ポリプロピレンはその代表例であり、近年では、ケナフをはじめとしたバイオマスや有機繊維との複合化に向けた研究開発も行われている。有機繊維強化ポリプロピレンはガラス繊維強化ポリプロピレンに比べて軽量であり、成形加工性と機械物性を高度にバランスさせることも可能である。よって、これらの実用性の高さから大きな期待が寄せられている。この複合材料の開発において、ポリプロピレン中の繊維の「分散状態」を制御することは重要であり、繊維の分散状態を「非破壊で3次的に観察」する技術が必要となってくる。

X線CT (Computed Tomography) を用いたイメージング法は、複合材料の内部構造を非破壊、マイクロスケールの空間分解能で観察することが出来る有用な手法であり、各種製品の非破壊検査や医療をはじめとして多くの分野で広く利用されている。X線CTを用いて複合材料の内部を観察する場合、材料を構成している物質に対するX線の吸収率により測定法や測定条件が異なってくる。例えば、ポリプロピレンと有機繊維からなる複合材料では、ポリプロピレンと繊維がともにX線に対する吸収率が小さく、またその差が小さいため、より“高感度”で計測することが両者を同時に高繊細に観察するうえでは好ましくなる。

ここでは、新たに開発した有機繊維強化ポリプロピレンについて、X線CTを用いた技術や観察事例を紹介する<sup>13), 14)</sup>。

## 2. 有機繊維強化ポリプロピレンの特徴

開発した有機繊維強化ポリプロピレンは、直径30  $\mu\text{m}$ の高強度ポリエステル繊維数千本からなる連続繊維束に高性能ポリプロピレンを含浸し、ストランド状に引抜きながら必要長さ（通常5~15mm）に切断したものをペレットとして製品化したものである。また、汎用の射出成形機やその関連技術により、有機繊維強化ポリプロピレン成形体を量産性高く成形することが可能である<sup>15)</sup>。こうして作られた有機繊維強化ポリプロピレンの成形体は、繊維含量25重量%で比重0.99、同30重量%で比重1.01という軽さに加え、従来のポリプロピレン材料であるインパネ材やバンパー材の成形体と比べてはるかに高い衝撃強度を備えている。Fig. 13は、 $-30^{\circ}\text{C}$ での高速衝撃試験の様子を撮影したものである。通常のインパネ材の成形体が脆性的に完全破壊するのに対し、有機繊維強化ポリプロピレンの成形体は、ウェルド部がひび割れるものの破壊には至らないという性能を備えているのがわかる。

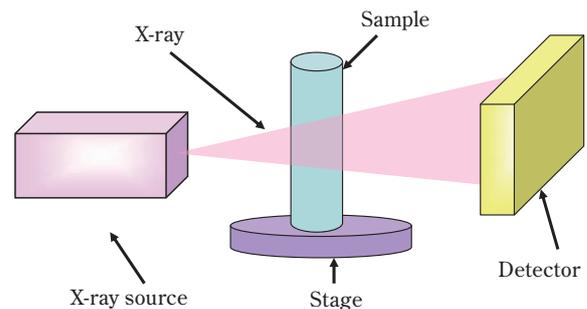


**Fig. 13** Snap shots of high-speed impact testing at  $-30^{\circ}\text{C}$  for (A) instrument panel made by polypropylene compound and (B) fiber reinforced polypropylene compound

## 3. 繊維分散状態の観察

X線CTは、「2次元あるいは3次元の被写体は、その投影データの無限集合から一義的に再生できる」というラドンの画像再構成則に由来し、物体を様々な角度からX線で撮影し、その投影像から断面像を画像再構成する技術である。X線のような電磁波が物質を透過する際には、吸収による強度の変化や位相の変化が生じており、市販の産業用X線CT装置はこの吸収によるX線の強度変化（吸収コントラスト）の大きさを画像化している。

Fig. 14に産業用X線CT装置の概略図を示す。X線源と検出器は固定して、試料を回転ステージにより回転する構成である。X線源には、数マイクロン以内の微小焦点（マイクロフォーカス）から放射されるコーンビーム、検出器は、フラットパネル型やベリリウム窓イメージンシファイアを搭載したX線CCD検出器が主流である。発生するX線のエネルギーは管電圧（厳密には管電流にも依存）で変化し、産業用X線CT装置では数十~数百kVの範囲である。管電圧が高いほどX線



**Fig. 14** Schematic illustration of X-ray CT apparatus

のエネルギーは増大し、試料を透過しやすくなる。また、X線検出器に到達したX線のエネルギーが検出器の検出下限より小さいと透過画像を撮影することが困難となる。そのため、金属などの密度が大きい物質や分厚い試料を撮影するときにはX線のエネルギーを高く設定し、逆に、密度の小さい物質や微小な試料を撮影する際にはX線エネルギーを低くするのが一般的である。

Fig. 15は繊維含量30重量%の有機繊維強化ポリプロピレン射出成形体（厚み3mm）のX線CT像の一例である。ここで、明るい部分が繊維を示し、暗い部分が樹脂部を示している。なお、有機繊維強化ポリプロピレンを観察する場合、X線のエネルギーはできる限り低くすることが有効であり、装置の設定下限値（20kV）で観察を行っている。ガラス繊維品と比較することにより、有機繊維品の場合には、繊維が湾曲して均一に分散していることや複雑に絡み合っている様子がわかった。有機繊維強化ポリプロピレンの特異な耐衝撃性はこの繊維の絡まりによって発現していると考えられる。

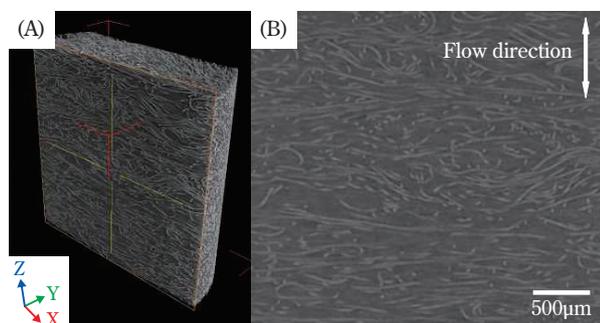


Fig. 15 Representative X-ray CT images of fiber reinforced polypropylene compound: (A) 3D image and (B) cross section of X-Z plane

X線CT法は、ガラス繊維強化ポリプロピレンをはじめ有機繊維強化ポリプロピレンなどの軽元素系複合材料の非破壊内部観察においても有用な手法となることが今回の検討からわかってきた。なお最近では、X線の位相が揃った放射光をX線源として、X線の位相シフトの大きさ（位相コントラスト）を計測して画像化するX線イメージング法が産業応用されるようになってきている。この手法は吸収コントラストに比べて非常に感度が高く、信号ケーブルなどの軽元素と中重元素構成の複合材料において、全ての構成成分を同時に短時間で高繊細に可視化した事例<sup>16)</sup>が報告されており、今後ますます期待される分野であるといえる。

#### 4. 引張試験後の射出成形体の観察

物性発現機構を考察するうえで、引張試験後の射出成形体の観察は有効である。Fig. 16 (A)、(B)に引張試験後の射出成形体の“破断点近傍”のX線CT像の一例を示す。なお、図中の成形体(A)は、繊維径33µm、成形体(B)は、繊維径18µm、繊維含量は何れも25重量%である。また、(A)、(B)の面衝撃強度は、それぞれ19.0J、16.5Jである。

Fig. 16 (A)のYZ断層像から、樹脂部で横方向に黒い亀裂が入っていることがわかり、また、XY断層像で

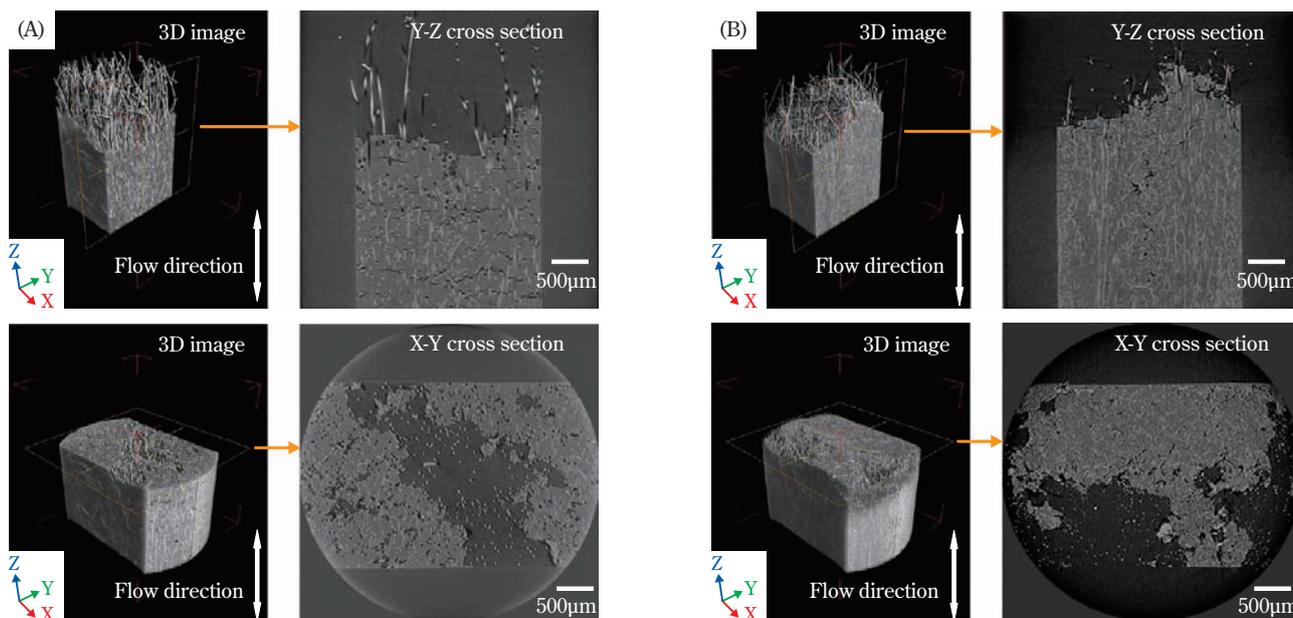
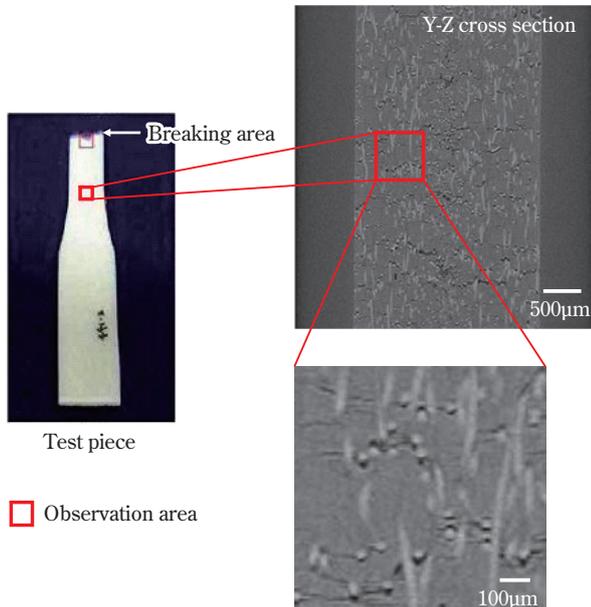


Fig. 16 (A) Representative X-ray CT images of fiber reinforced polypropylene compound (fiber diameter 33µm) after tensile testing  
(B) Representative X-ray CT images of fiber reinforced polypropylene compound (fiber diameter 18µm) after tensile testing

は、樹脂部に多数の黒い繊維が抜けた穴が認められる。一方で、Fig. 16 (B)のYZ断層像では、横方向に走る亀裂は見られず、また、XY断層像において繊維が抜けた穴はほとんど見られないことがわかる。繊維径が細い場合には、繊維1本の強度が低いため引張試験により繊維切断が起きている。一方、繊維径が太い場合には、引張試験による繊維切断よりも繊維引き抜けがより多く発生していることから、繊維径によって複合材料の破壊挙動が異なることがわかる。

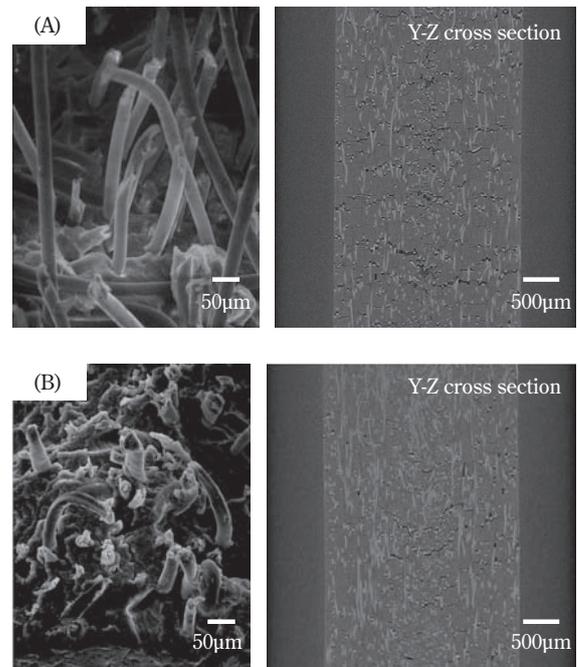
Fig. 17は射出成形体の破断部から“20mm”離れた部位におけるX線CT像である。破断部下方20mmであっても引張試験片を横切る方向に黒い亀裂が見られることがわかる。また亀裂の拡大図をみると、紙面を貫く方向に配向した繊維から亀裂が発生していることがわかる。この結果は、繊維と樹脂との界面接着が充分でないため、引張方向に対して垂直に配向している繊維と樹脂との界面が応力に抗しきれず剥離し、亀裂の起点になっていることを示唆している。有機繊維強化ポリプロピレンの耐衝撃性を更に改良するためには、引張方向に対して垂直に配向している繊維が亀裂の起点として働かないように繊維の配向を制御することや繊維と樹脂との界面を強化することが有効であることがこの結果からわかる。



**Fig. 17** Representative X-ray CT images of area in 20mm apart from fracture front of fiber reinforced polypropylene compound (fiber diameter 33µm) after tensile testing

## 5. 界面強化の効果

有機繊維強化ポリプロピレンでは、繊維と樹脂との界面を強化することにより面衝撃強度の更なる向上が認められる<sup>17), 18)</sup>。界面の改良前後のIzod試験破断面の



**Fig. 18** Representative SEM images on fracture front (left) and X-ray CT images of area in 20mm apart from fracture front (right) after Izod testing: (A) PP/fiber without interfacial reinforcement and (B) PP/fiber with interfacial reinforcement

SEM写真および引張試験破断面下方20mmのX線CT像をFig. 18 (A)、(B)に示す。界面改良前のFig. 18 (A)では、SEM写真で繊維表面への樹脂の付着は確認できず、また、X線CT像において亀裂が認められる。一方、適正な改質材、繊維表面処理剤を適用した界面改良後のFig. 18 (B)では、SEM写真で繊維表面への樹脂の付着が見られ、X線CT像において亀裂が減少していることがわかる。

## おわりに

本稿では、構造解析技術のポリプロピレン材料開発への適用と題して、主に、放射光を含むX線や光学的手法を用いたフィルムの延伸挙動の解析、ならびにX線CTを用いた複合材料の3次元形態観察について述べてきた。複数の手法を組み合わせる技術は、構造と物性との相関を解明する上で非常に有用な知見を与えてくれる。また、複合材料の形態を3次元で非破壊観察する技術は、材料設計が複雑で多様化するにつれて、今後ますます重要になってくるものと思われる。近年、構造解析の技術は進展著しいものがある。今後も次世代の放射光光源であるX線自由電子レーザーをはじめとして、ミクロの世界を観察する最先端の顕微鏡観察技術など多くの技術が実用化を迎えようとしており、こ

これらの解析技術の更なる技術革新に大きな期待を寄せている。

最後に、本研究の一部は、SPring-8のフロンティアソフトウェア開発産学連合専用ビームラインならびに高エネルギー加速器研究機構での成果公開利用（課題番号：2010G540）により実施されたものです。本研究を実施するにあたりご指導頂きました東京大学大学院新領域創成科学研究科の雨宮慶幸教授ならびに篠原佑也助教に深く感謝致します。また、SPring-8での測定においてご尽力を頂きました財団法人高輝度光センターの増永啓康博士、小川絨樹博士ならびに高野琢博士に深く感謝致します。

## 引用文献

- 藤山 光美, “フィルム製膜・延伸の最適化とトラブル対策”, 第1版, 日本技術協会 (2007), p. 237.
- 栗屋 裕, “高分子素材の偏光顕微鏡入門”, 初版, アグネ技術センター (2001), p. 121.
- エドワード・P・ムーア・Jr, “ポリプロピレンハンドブック”, 初版, 工業調査会 (1998), p. 159.
- 桜井 孝至, 野末 佳伸, 笠原 達也, 山口 登, 住友化学, **2007-II**, 14 (2007).
- 桜井 孝至, 篠原 佑也, 成形加工, **20** (7), 419 (2008).
- 桜井 孝至, 笠原 達也, 山口 登, 高分子加工, **53** (1), 24 (2004).
- T. Sakurai, Y. Nozue, T. Kasahara, K. Mizunuma, N. Yamaguchi, K. Tashiro and Y. Amemiya, *Polymer*, **46**, 8846 (2005).
- 野末 佳伸, 雨宮 慶幸, 放射光, **19**, 356 (2006).
- Y. Nozue, Y. Shinohara, Y. Ogawa, T. Sakurai, H. Hori, T. Kasahara, N. Yamaguchi, N. Yagi and Y. Amemiya, *Macromolecules*, **40**, 2036 (2007).
- Y. Shinohara, K. Yamazoe, T. Sakurai, S. Kimata, T. Maruyama and Y. Amemiya, *Macromolecules*, **45**, 1398 (2012).
- 杉原 保則, 中尾 俊夫, 櫻井 和朗, 増永 啓康, 小川 絨樹, 高野 琢, *Polyfile*, **47** (562), 21 (2010).
- H. Masunaga, H. Ogawa, T. Takano, S. Sasaki, S. Goto, T. Tanaka, T. Seike, S. Takahashi, K. Takeshita, N. Nariyama, H. Ohashi, T. Ohata, Y. Furukawa, T. Matsushita, Y. Ishizawa, N. Yagi, M. Takata, H. Kitamura, K. Sakurai, K. Tashiro, A. Takahara, Y. Amamiya, K. Horie, M. Takenaka, T. Kanaya, H. Jinnai, H. Okuda, I. Akiba, I. Takahashi, K. Yamamoto, M. Hikosaka, S. Sakurai, Y. Shinohara, A. Okada and Y. Sugihara, *Polymer J.*, **43**, 471 (2011).
- 渡邊 堅二, 桜井 孝至, *Polyfile*, **48** (567), 26 (2011).
- 渡邊 堅二, 次世代ポリオレフィン総合研究, **5**, 97 (2011).
- 住友化学(株), 帝人ファイバー(株), 特開2011-26571 (2011).
- 米山 明男, 上田 和浩, 山崎 孝則, 隅谷 和嗣, 平井 康晴, 武田 徹, 兵藤 一行, 平野 馨一, 原子力eye, **55** (8), 32 (2009).
- 住友化学(株), 帝人ファイバー(株), 特開2012-7152 (2012).
- 住友化学(株), 特開2012-7158 (2012).

## PROFILE



桜井 孝至  
*Takashi SAKURAI*

住友化学株式会社  
石油化学品研究所  
主任研究員  
工学博士



渡邊 堅二  
*Kenji WATANABE*

住友化学株式会社  
石油化学品研究所  
研究員



山越 静人  
*Shizuto YAMAKOSHI*

住友化学株式会社  
石油化学品研究所  
研究員



梅垣 直哉  
*Naoya UMEGAKI*

住友化学株式会社  
石油化学品研究所  
研究員