

微小角入射 X 線散乱によるラビング処理した  
ポリオレフィンフィルムの表面構造解析  
Study on surface structures of rubbed polyolefin films  
by grazing incidence X-ray scattering

吉谷 博司<sup>a</sup>, 小寺 賢<sup>b</sup>, 下浦 由雄<sup>a</sup>, 川村 真教<sup>a</sup>, 鳥田 一哉<sup>b</sup>, 西野 祥太郎<sup>c</sup>  
Hiroshi Yoshitani<sup>a</sup>, Masaru Kotera<sup>b</sup>, Yoshio Shimoura<sup>a</sup>, Masanori Kawamura<sup>a</sup>,  
Kazuya Torita<sup>b</sup>, Shotaro Nishino<sup>c</sup>

<sup>a</sup>積水化学工業（株）, <sup>b</sup>神戸大学大学院工学研究科, <sup>c</sup>金沢大学大学院自然科学研究科  
<sup>a</sup>SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.,  
<sup>b</sup>GRADUATE SCHOOL OF ENGINEERING, KOBE UNIVERSITY,  
<sup>c</sup>GRADUATE SCHOOL OF NATURAL SCIENCE AND TECHNOLOGY,  
KANAZAWA UNIVERSITY

微小角入射 X 線散乱法によりポリオレフィンフィルムの表面構造解析を行った。X 線の入射角 ( $\alpha$ ) を  $0.08\sim 0.24^\circ$  の範囲で制御すること (10keV におけるサンプルの全反射臨界角は約  $0.11^\circ$  である) で表面層とバルク層の結晶性に差が確認され、ポリプロピレンサンプル表面層の結晶性は幾分か低下していることが示唆された。

キーワード： 微小角入射 X 線散乱, ポリオレフィンフィルム, 表面構造解析

#### 背景と研究目的：

地球温暖化や環境汚染など、環境問題は拡大、複雑化しつつある。弊社においても製造・開発による環境負荷低減へ向け、製品外観不良防止のために必要最低限の包装として利用する表面保護フィルムの開発を手掛けている。保護製品と十分に接着し外観不良を抑制する表面保護は勿論、糊残りなく綺麗且つ、容易に剥がせる事が要求される。一方、市販表面保護フィルムの多くは、溶剤型の長鎖アルキル樹脂やシリコン樹脂で離型処理し、フィルム原反から簡単に保護フィルムを繰り出せる機能を発現させているが、環境負荷低減や安全性の側面から無溶剤化が望まれる。

弊社は基材背面を単にラビング処理することで、離型機能を発現させたオレフィン系高分子のみから成る表面保護フィルムを上市しているが、ラビング処理によりフィルム表面がどのように変化しているのか解明されていない。重点産業利用課題2007B1926 (BL46XU) にて、全反射条件を満たす表面が形成されていることは把握できた[1]が、ATX-G回折計の仕様（試料垂直置き）により精密な試料セッティングが行えず、表面層の高分子結晶配向性や組成分布に関する情報を得るのは困難であった。更に、BL46XUの高輝度な（アンジュレータ）光による試料損傷（試料の変質）が認められたため、ソフトマテリアルに対応可能なBL19B2にて測定を実施した。

#### 実験：

種々のオレフィンサンプルをシリコンウエハで挟み、 $210^\circ\text{C}$ で数分間熱プレスし、 $0^\circ\text{C}$ の氷水で急冷することで得られたフィルム状サンプルを測定に用いた。フィルム厚みは  $100\mu\text{m}$  程度であった。GIXS 測定は BL19B2 で行った。X 線エネルギー10keV, 回折計は HUBER 社製多軸回折計, 検出器としてシンチレーションカウンターを用い、GIXS データを得た。

#### 結果および考察：

図 1 にポリプロピレンサンプルからの GIXS チャートを示す。なお、図中の挿絵からも分かる

ように面内回折を測定したものである。X線の入射角( $\alpha$ )を $0.08\sim 0.24^\circ$ の範囲で制御すること(試料の全反射臨界角は約 $0.11^\circ$ である)で表面層( $\alpha=0.08^\circ$ )とバルク層( $\alpha=0.24^\circ$ )の結晶性に差が確認され、表面層の結晶性は幾分か低下していることが示唆された。他のサンプルについても同様な測定を試みたが、ポリエチレンを含むサンプルは結晶生長が著しく、表面平滑性が良好でなかったためか有意な差は認められなかった。

今回の実験から熱プレス法により得られたサンプルの表面構造解析の可能性が示唆された。射出や押し出し成形で作製されている製品の表面構造解析にも応用可能であると考えられ、産業製品の機能化付与に有効な手段であることが分かった。

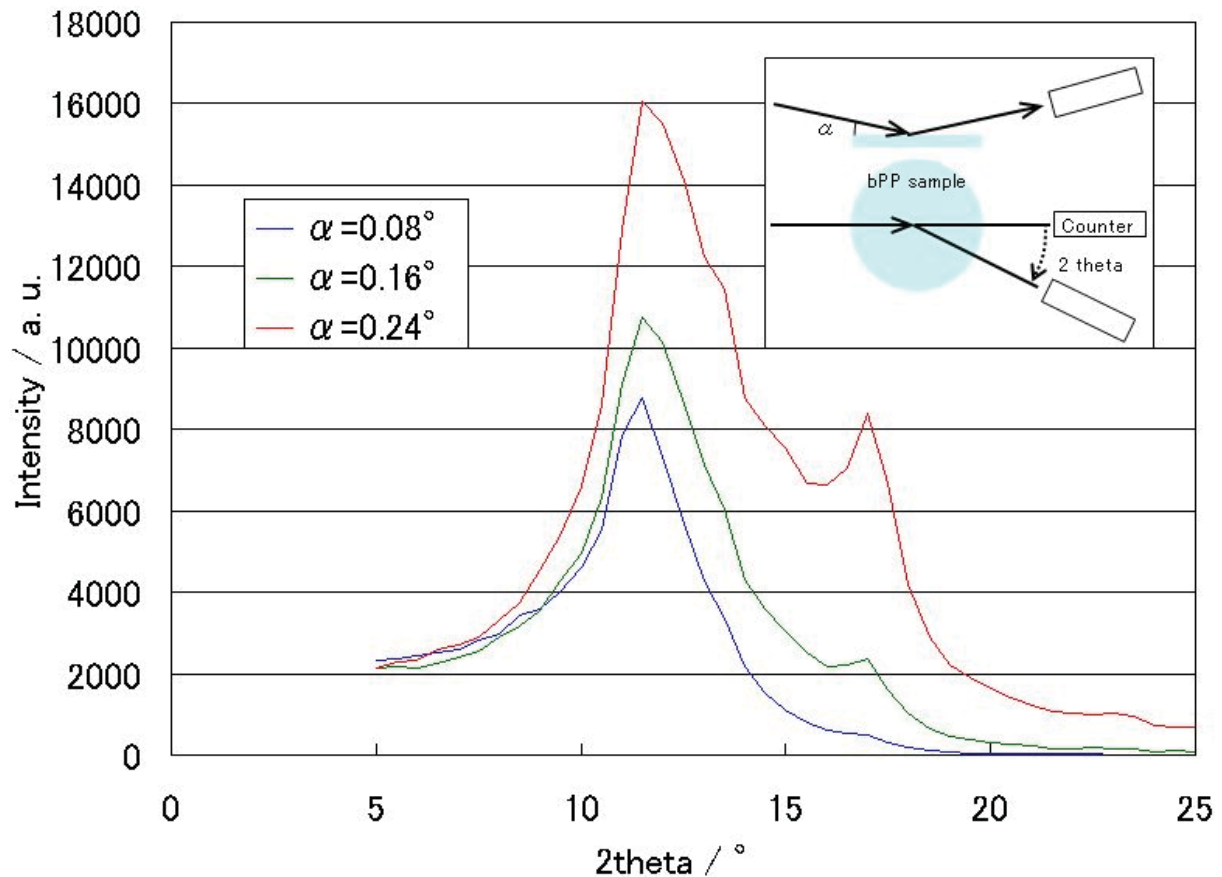


図1. ポリプロピレンサンプルの GIXS チャート

**今後の課題：**

ポリエチレンを含むサンプルは結晶生長が著しく、表面平滑性が良好でなかった可能性が考えられたため、GIXS 測定用サンプルの作製法（主に結晶成長抑制法）を検討し、表面の結晶配向性の違いについて詳細に調べる予定である。

**謝辞：**

今回の GIXS 測定およびデータの解析にあたっては財団法人高輝度光科学研究センター 産業利用推進室の堀江 一之氏，廣沢 一郎氏，小金澤 智之氏のご指導とご協力をいただきました。この場をお借りしてお礼申し上げます。

**参考文献：**

[1] 吉谷 博司, 小寺 賢, 下浦 由雄, 廣瀬 康男, 澤田 貴彦, 川村 真教, 西村 洋平, 重点産業利用課題報告書, 2007B1926 (2007).