

第 381 回例会は、新大阪にある新大阪丸ビル別館にて開催された。関西での開催は、第 374 回（2014 年 9 月）の京都以来である。2 月 22 日午後 1 時半より、講演 2 件とワークショップ 2 件が催され、参加者は計 59 名で関西地方の方が多く、盛況であった。

1 件目は、米森技術士事務所の米森重明氏より「化学分析力の活かし方—企業内の分析・解析で最大の貢献を果たすには—」と題してご講演を頂いた。米森氏は 30 年以上にわたり企業の分析部門で従事され、当懇談会とは高分子分析ハンドブックの副編集委員長や運営委員など、関わりが深い。分析事例として、①ウレタン用ポリエーテルポリオール分析、②フッ素産業における大きな変革に関わる分析を紹介された。①では、水酸基価について従来の滴定法にかわる近赤外 (NIR) 分光での手法を確立し JIS 法とした。また、誘導体化による  $^{19}\text{F}$ -NMR で末端基の詳細解析や国産初の顕微ラマンで総不飽和基量を分析した。②では、熔融  $^{19}\text{F}$ -NMR による共重合ポリマー解析や GC-イオントラップ型検出器 (ITD) によるフロン類の不純物分析を行った。その他、企業内での分析部門についてその有り様を述べられた。分析は手段であり、課題解決・問題解決にいかに関与したかを考える。そのために常日頃から最新技術を活用しつつ分析法を磨き、イノベーションの鍵となる機会をとらえていく。さらに、分析の成果を正当に認めてもらうため企業内外で認知度を広げる活動の必要もある。これらは企業内分析に従事する者として、非常に納得させられた。

2 件目は、出光興産の鳥居孝洋氏より「高速高分離 GPC/MS を用いた材料中低分子化合物の分析」と題してお話し頂いた。従来、ポリマー中低分子化合物の定性・定量分析には抽出前処理したのち LC、LC/MS 等で分析している。今回、Waters 社製 APC カラムを用いた高速高分離 GPC/MS で移動相・MS 条件を検討した。移動相にギ酸アンモニウム水 1%またはギ酸アンモニウムメタノール溶液 5%を添加することで MS 感度が向上し、ポリカーボネート (PC) 中添加剤を一斉定量分析できた。PC 中黄変物質の定性分析では、Q-TOF MS で助剤なしで検出し、さらに MS/MS で構造解析が可能であった。

3 件目は、日本ポリケム坂田和也氏より「ポリオレフィンの分子構造解析における進展」と題してお話を頂いた。ホモ PP (HPP) とランダム PP (RCP) 混合試料の TREF では共結晶化により正確な結晶性分布が得られないが、融解と再結晶化を繰り返す温度変調 TREF を用いると、HPP と RCP 単独の溶出曲線を計算的に合成したものとほぼ一致する結晶性分布が得られた。また TREF は結晶性に基づく分離であるが、グラファイトカラムを使用した相互作用クロマトグラフィーは非結晶ポリマーの組成分布分析が可能であり、エチレン-プロピレン共重合体等の混合物も分離でき、近年飛躍的な進歩を遂げている。二次元 NMR の中で DOSY は分子固有の拡散によりシグナルに重み付けができるユニークな測定法であるが、ポリオレフィンでは高温での対流が激しく不向きであった。氏らは二重刺激エコー法を用いて DOSY の高温測定を試み、対流の影響が抑制された PP のスペクトルを得ることができた。

4 件目は兵庫県立大学の村松康司先生より「放射光軟 X 線分光による有機材料の精密状態分析～兵庫県立大学放射光施設ニュースバル BL10 の分析利用について～」と題してご講演を頂いた。X 線はおおよそ 4keV 以上を硬 X 線、4keV 以下を軟 X 線として区別され、前者の光源は SPring8、後者はニュースバル (NS) となる。兵庫県立大学が誇る放射光実験施設 NS では、高度研スタッフと共同してビームライン BL10 の改良を進め、世界に先駆けた軟 X 線分光分析研究を展開している。特に軽元素からなる有機材料の電子情報は軟 X 線吸収分光法 (XAS) で詳細に解析できる。

環境材料としても注目されている炭素材料（CB）の加熱による XAS スペクトルの  $\pi^*$  ピークの形状や変化は水素放出挙動と相関があり、炭素六角網面の再配列による黒鉛化が示唆された。また網面の成長とともにエッジ炭素の変化等も予測される。これら電子状態や局所構造の詳細な解析には量子論的手法による理論解析が必須であり、第一原理バンド計算ソフトウェア CASTEP を用いて XAS スペクトルを高精度にシミュレーションすることができる。他に、 $\alpha$ -NPD をシリコン基板に蒸着した試料での配向性・化学状態・薄膜厚みの把握や劣化したエンジンオイルを金基板に塗布した試料での  $\pi^*$  ピーク（二重結合）の解析例が紹介され、今後 XAS の幅広い試料へ適用が期待される。これら XAS を含む BL10 による放射光軟 X 線分光分析について相談にもものっていただけるという心強いお言葉も頂いた。

（ニチアス 橋本知美）