

## 高分子分析研究懇談会 第 376 回例会報告

今年度最後の第 376 回例会は、1 年前の第 370 回例会と同じ中部地区で、2 月 26 日午後 13:30~17:00 に実施された。当日の名古屋は 2 月で唯一の雨天であり、加えて最高気温が 10 度を下回る悪天候であった。しかしながら、名古屋駅から会場のウインクあいちまでは地下道を通ってわずか 5 分でアクセス可能であり、参加者 39 名は明るい雰囲気ですぐに例会の開始を待つことができた。これまでの例会と同様に今回も講演 2 件、ワークショップ 2 件が行われた。

1 件目は、東京大学生産技術研究所の福谷 克之教授より、講演 1「核反応法による水素の分析」と題してご講演をいただいた。我々の身の回りに最も多く存在する元素である水素は、昨今注目されている水素社会の中心となる物質である。水素に注目が集まる中、水素社会実現に向けて様々な課題があり、その一つとして水素の貯蔵や輸送時の金属に対する脆化を挙げることができる。水素が金属などの表面、内部でどのように存在するかを定量的に把握することは、水素により引き起こされる問題点を解決する上で必要不可欠である。本公演では、金属の表面および数十 nm 内部に存在する水素を定量的に観測可能な分析法である核反応法について、原理から応用までをご紹介いただいた。シリコンおよびロジウム、パラジウム、パラジウム-金合金などの金属表面の水素の存在量や分布を詳細に明らかにした例や、パラジウムが炭化水素改質反応の触媒としてどのように働くかを観測する興味深い例を聞くことができた。

2 件目は、豊田合成株式会社の北瀬 恵氏より、ワークショップ 1「GC/MS の多変量解析とパルス NMR を組み合わせた ABS 樹脂の組成分析」と題してご講演をいただいた。本講演は、第 19 回高分子分析討論会 審査委員賞の受賞講演である。ABS 樹脂は、ポリブタジエンにアクリロニトリルおよびスチレンをグラフト重合させた樹脂であり、アクリロニトリル/ブタジエン/スチレン共重合体からなる架橋体と、アクリロニトリル/スチレンのフリーポリマーからなる。よって、そのままの状態ではモノマー単位の組成を求めることは難しい。そこで、演者らは熱分解 GC/MS 法と多変量解析、パルス NMR を組み合わせた組成の定量法を検討した。具体的な検討の内容は以下の通りである。組成の異なる複数の ABS 樹脂の熱分解 GC/MS 測定を行い、アクリロニトリル/スチレン組成を求める方法を検討した。得られたアクリロニトリルおよびスチレンの 2~3 量体のピーク強度をスチレンモノマーの強度および試料量で規格化し、主成分分析を行った。次に、IR 法から求めたアクリロニトリル/スチレン比を使用して重回帰分析をすることで、熱分解 GC/MS からアクリロニトリル/スチレン組成を求めた。アクリロニトリル単位およびスチレン単位と、ブタジエン単位の組成は、それぞれの緩和時間の違いを

利用してパルス NMR から求めた。両者を組み合わせることで、ABS のモノマー単位組成を簡便に、かつ高精度で求められる方法を開発した。それぞれの分析から得られる定量値に対する検証を丁寧に行われていることが印象的であった。この手法は、他の不溶性の共重合体にも応用できる方法と考えられた。

3 件目は、株式会社 TRI テクノの大磯 佑介氏より、ワークショップ 2 「ゴム材料分析におけるパルス NMR の活用」と題してご講演をいただいた。パルス NMR の原理の解説では、スピンスピン緩和時間 ( $T_2$ ) および 3 種類のパルスプログラム (Solid-Echo 法、Hahn-Echo 法、CPMG 法) の特徴やデメリットについての説明がされた。アプリケーションは次のとおりである。シリコーンゴム (ビニル末端ポリジメチルシロキサン (PDMS) およびヒドロシリル基を有する PDMS の反応物) の架橋密度解析、PDMS/シリカの化学架橋と物理架橋の評価、ポリプロピレン/ (エチレン/プロピレン/ジエンゴム) の架橋密度の評価、改質天然ゴム/シリカの反応解析。測定温度条件やパルスプログラムの選択を適切に行うことで、どのアプリケーションでも明快な結果が提示されており、高分解能 NMR とは一味違うパルス NMR が得意とするフィールドの高分子分析について聞くことができた。

4 件目は、東京工業大学の佐藤千明准教授より、講演 2 「複合材料の接着技術に関する最近の話題」と題してご講演をいただいた。佐藤准教授が最近特に力を入れている分野は自動車の接着技術とのことであり、本公演でも自動車の接着に関する内容が大半を占めた。ドアパネルの金属同士の接着からはじまり、ガラスと窓枠の接着、車体の接着へと講演が進んだ。自動車の軽量化に有効な CFRP 製のキャビンとアルミニウム製の車台を持つ最新のヨーロッパ製電気自動車の例では、車台を塗装して電気化学的腐蝕対策を行い、キャビンと車台を比較的厚い接着剤層で一体化することが紹介された。また、最近では自動車にポリプロピレン製の部品が多く使用されている。ポリプロピレンの接着は難易度が高く、最近ではアルキルボランアミン錯体を添加したポリプロピレン用接着剤が存在するが、耐熱性の問題で自動車用途には使用されていない。ポリプロピレンの接着は自動車用の接着の課題の一つであるとのことであった。自動車に関連する接着の興味深い講演を拝聴し、筆者は楽しい時間を過ごすことができた。

今回の第 377 回例会は、高分子分析研究懇談会の 2015 年度総会とともに、関東地区での実施を予定している。多数の会員の参加を期待している。

株式会社カネカテクノロジー 曾我部啓介