

高分子分析研究懇談会 第 382 回例会報告

2016 年 4 月 25 日に第 382 回例会が東京四ツ谷の主婦会館プラザエフにて開催された。今年度最初の例会ということでまず総会が行われ、2015 年度の活動・会計報告および 2016 年度の実施計画が承認された。その後通常通り講演 2 件とワークショップ 2 件の発表が行われた。参加者は計 73 名と盛況であった。

1 件目は、元住友化学、現京都工芸繊維大の細田覚先生より「L-LDPE の構造物性解析から材料開発へー典型的な 20 世紀型 R&D の事例としてー」と題したご講演を頂いた。細田先生は長年に渡り住友化学で PE 等の高分子材料の評価に従事され、新規機能性樹脂の開発に貢献されてきた。材料評価においては対象をアリの目（微視的）と鳥の目（俯瞰的）の両方で見ることが必要であるとお考えで、今回はその具体例として 1970 年代後半の経済成長期に開発が行われた、従来の LDPE とは異なる製法・特性を持つ L-LDPE の評価事例をご紹介頂いた。L-LDPE においてアリの目とは分子鎖 1 本の分子量、分岐、コンホメーション等を分析することであり、一例として、偏光赤外分光法を用いた短鎖分岐の配向性の評価が挙げられた。他方鳥の目とは、分子量分布やラメラ晶厚みなど材料物性に影響する因子の評価がそれに当たる。TEM 観察や溶媒分別による組成分布調査を通じ、ラメラ厚みに影響を与える因子の評価がなされていた。アリの目と鳥の目両方で見ることではじめて、その材料の本質が見えてくるとのご指摘は重みがあり、非常に納得させられた。

2 件目のワークショップ 1 は、スターライト工業小野美奈氏に「劣化判別に対する結晶化温度の活用」と題してお話頂いた。樹脂製品の劣化評価の手法として GPC を使った分子量分布測定が一般的であるが、エンブラやスーパーエンブラの場合には、特殊溶媒や超高温仕様の装置が必要な場合が多く、簡便に測定できないというのが実情である。そこで簡便な手法として DSC を用い、結晶化温度を劣化度合いの指標に出来ないか検討を行った。ポリエステル系エラストマとポリフェニレンサルファイドを評価したところ、いずれも熱処理時間と結晶化温度のシフトに相関が見られ、劣化度合いの推測に用いることができることがわかった。今後は他のポリマへの適用を検討することであった。

3 件目のワークショップ 2 では、住友ゴム工業小森佳彦氏より「NMR によるゴムの分析」と題してご発表頂いた。NMR 測定によって得られる 2 つの情報、すなわち化学シフトからの分子構造、緩和時間からの分子運動性について、ポリイソプレンの分析事例が紹介された。ポリイソプレン中で硫黄が結合した架橋点を取り得る構造は多数あるが、固体 NMR 測定では感度等の問題で帰属が難しい。そこで溶媒可溶ぎりぎりの反応度で加硫を停止させ、溶液 NMR 測定を行った。その結果架橋点の構造の帰属が可能となり、その比率も求めることができた。また横緩和時間を測定によって求めた残留双極子結合定数 (Dres) を用いて架橋度の評価を行い、古典的な手法である膨潤法と比較した。その結果 Dres は膨潤法と異なり、CB やシリカ等のフィラーの影響を受けずに測定が可能であることが明らかになった。

4 件目は東京工業大の森川淳子先生より「高分子の熱伝導～国際標準と熱イメージング法によるマイクロ可視化熱分析・熱物性測定～」と題してご講演を頂いた。森川先生は材料の熱拡散測定において多くの研究成果を挙げられ、従来難しいとされていた高分子薄膜の熱伝導率を、温度波を用いた位相計測により正確かつ簡便に測定できる方法を開発された。この方法は ISO の「熱伝導率及び熱拡散係数の求め方ー第 3 部：温度波熱分析法 (ISO 22007-3)」として承認・発行されている。今回は高分子材料の微小領域における熱拡散率評価法について、多くのイメージング映像を交えて

測定事例をご紹介頂いた。センサの微小化により、温度波熱分析法は局所的な熱拡散率マッピングの手法として材料評価に応用できる。例えば高分子フィルムの場合、数 μm に収束したフェムト秒レーザをフィルム内部に多層的に照射し熱拡散率の分布を測定することで、フィルムの結晶性や配向度の分布が評価でき、有用な手法であることが示されていた。また近年の赤外線素子の微小化・高性能化に伴う、ミクروسケールの熱イメージング法の発展についてもご紹介頂いた。具体例では、ポリイミドフィルムと銅配線から成るフレキシブルプリント基板内の温度波の伝播をイメージング化することによって、材料の不均一性や欠陥が直感的に検知できており、大変興味深い測定技術であった。

講演後は講師を交えて交流会が開催され、高分子分析のみならず多様な話題で大いに盛り上がった。今年度最初の例会は大変有意義なものとなった。

(フジクラ 鈴木大輔)