



フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体  
〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都1丁目1番1号  
TEL 0791-58-1911 E-MAIL fsbl@spring8.or.jp  
URL <http://fsbl.spring8.or.jp/>  
2015/12

# フロンティアソフトマター 開発専用ビームライン産学連合体 成果報告書集（2014年度）



**FSBL**  
**03XU**  
Advanced Softmaterial BL Consortium

フロンティアソフトマター  
開発専用ビームライン産学連合体



成果報告書(2014年度版)発刊にあたって

フロンティアソフトマター開発  
専用ビームライン産学連合体 代表  
帝人株式会社 構造解析センター  
城戸 伸明



フロンティアソフトマター開発専用ビームラインFSBL (BL03XU)は、SPring-8初の産学連携の専用ビームラインとして2010年2月に竣工し、運営を開始して6年目となりました。その間、企業と学術の共同によるポリマー、ソフトマテリアル材料の素材開発と基礎研究に貢献してまいりました。ビームラインの運営に当たりましては、学術諮問委員会の諸先生、理研並びにJASRIの皆様の手厚いご支援とご指導や、学術の先生方、運営委員の皆様、関係者の多くの方々のご尽力の結果と存じます。この場をお借りして心より感謝申し上げます。

これまでFSBL連合体では、高度化プロジェクトを中心に、X線マイクロビーム、極小角X線散乱、X線異常散乱、時間分解GISAXSなど、継続的なビームラインの技術改良や新規実験手法を開発してまいりました。非常に広い時間・空間スケールで階層構造を形成するソフトマターの構造と物性の相関を明らかにするためには、できる限り広い時間・空間スケールでのダイナミクスおよび構造評価が有効だからです。実際、年々それらの実験シフトは増大し、有効性が認知されてきています。さらに2014年度にはこれら構造評価可能な時空間領域における散乱データのSN比を向上させることを目的とし、真空カメラの開発・整備を実施しています。通常、放射線による試料ダメージや検出器の測定散乱強度上限などの原因により、強いX線を試料に照射し続けるということはできませんが、本開発によりバックグラウンド散乱を低減させることで高S/N散乱データ取得を可能としています。

今回、2014年度の各参画機関からの研究成果をとりまとめ、成果報告書の発刊の運びとなりました。これらの成果は、上述の技術開発、学術の先生方のご指導ご尽力、関係各位の鋭意検討の成果と存じます。FSBL連合体は今後も、産学連携を軸とした研究開発体制により、技術開発力を持続的に発展させ、将来の技術開発に貢献していきます。これまで同様の皆様のご支援とご協力をお願いします。



# CONTENTS

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 2014年度成果報告書

## 成果報告書 (2014年度版) 発刊にあたって

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体 代表

帝人株式会社 構造解析センター 城戸 伸明

### 旭化成グループ

- 溶媒膨潤法によるエポキシの構造解析～ゲル化点以降の架橋構造解析～ ..... 1

### 関西学院大学グループ

- ヒト角層細胞間脂質膜を模倣した人工膜の作製 ..... 3
- 低分子量ポリヒドロキシブタン酸 (PHB) の SAXS/WAXD同時測定によるラメラ構造とその形成機構の研究 I、II ..... 5
- Alkyl glycoside二次元配向結晶膜の作製と2D-WAXD構造解析 ..... 7

### キヤノングループ

- 液晶ナノエマルジョン中の層構造ダイナミクス ..... 9
- サーモトロピック液晶性部位を有する人工リン脂質: 小角放射光散乱測定によるリオトロピック液晶相の電場および光誘起液晶相転移挙動の解析 ..... 11
- USAXS及びAFMを用いたポリウレタン中のカーボンブラックの分散解析 ..... 13

### クラレグループ

- 急速昇降温ステージ開発とポリエチレンオキッド薄膜の等温結晶化過程の観察 ..... 15
- キャスト溶媒の溶媒性の違いによる高分子マトリックス中のブロック共重合体ミセルへの影響 ..... 17

### 昭和電工グループ

- ブチルゴム中におけるフラーレンの分散性評価 ..... 19

### 住友化学グループ

- ハードエラストティックポリプロピレンの変形挙動に関する研究 ..... 21
- シリコン系材料に対するXPCS法によるダイナミクス測定 ..... 23

### 住友ゴムグループ

- ヘテロダイナミクスX線光子相関分光法を用いた延伸ゴム中のナノ粒子ダイナミクス観察の検討 ..... 25

### 住友ベークライトグループ

- SAXS/WAXSによるフェノール樹脂硬化初期過程のゲル化メカニズム解析 ..... 27

### デンソーグループ

- 自動車用樹脂材料の構造解析と物性発現機構の解明 –エポキシ樹脂の構造・物性におよぼす硬化条件の影響– ..... 29
- 側鎖型ポリヘドラルオリゴメリックシルセスキオキサン (POSS) 含有ポリアミド薄膜の分子鎖凝集構造評価 ..... 31

### 東洋紡グループ

- ポリプロピレンフィルムの延伸過程の構造変化に関する研究 ..... 33
- ポリプロピレン薄膜の結晶化挙動に関する研究 ..... 35

### 東レグループ

- ポリエチレンテレフタレート (PET) フィルムの熱処理過程における構造形成の解析 ..... 37
- PP繊維およびPPS繊維の紡糸速度が繊維構造形成におよぼす影響 ..... 39

### 日東電工グループ

- ポリフッ化ビニリデン塗工膜の膜構造形成過程のその場観察 ..... 41
- 斜入射X線散乱法による高分子薄膜構造解析法の高度化 ..... 43

### ブリヂストングループ

- フッ素系高分子の伸長結晶化で生成するナノ配向結晶の結晶サイズの伸長ひずみ速度依存性 ..... 45

### 三井化学グループ

- 一軸伸長変形下におけるポリエチレンの不均一密度揺らぎの動的観察 ..... 47

### 三菱化学グループ

- GI-WAXSによる有機薄膜太陽電池の構造評価 ..... 49
- 延伸下におけるポリプロピレンβ晶の結晶構造変化 ..... 51

### 三菱レイヨングループ

- 高分子繊維の成形加工過程における構造変化の解析 ..... 53
- 炭素繊維の構造分布と到達可能強度 ..... 55

### 横浜ゴムグループ

- ペイン効果とゴム充填系の階層構造の相関に関する研究 ..... 57

### 帝人グループ

- ポリエチレンテレフタレート伸長結晶化におけるナノ配向結晶の生成 ..... 59
- GISAXSによるブロックコポリマー薄膜の膨潤とナノ多孔形成の解析 GISAXSによるブロックコポリマー薄膜のナノ多孔形成の解析 ..... 61

### DICグループ

- GIWAXSによる有機半導体薄膜の構造解析 ..... 63
- 微小角入射広角X線回折に基づく電子受容体高分子の分子鎖凝集構造解明 ..... 65
- 血液適合性ブロック共重合体の凝集構造 ..... 67

### 高度化第一ハッチグループ

- GISAXSとCT法を組み合わせた高分子表面・界面の可視化 ..... 69

### 資料

- 2010～2015年度 連合体メンバー 成果発表一覧 ..... 71
- 受賞等一覧 ..... 100
- FSBL連合体 実験の実績 ..... 101

2014A7201、2014B7251

BL03XU

## 溶媒膨潤法によるエポキシの構造解析 ～ゲル化点以降の架橋構造解析～

旭化成(株)<sup>1</sup>・旭化成イーマテリアルズ(株)<sup>2</sup>・関西大学<sup>3</sup>  
坂本直紀<sup>1</sup>・今泉公夫<sup>1</sup>・山本久尚<sup>2,3</sup>・原田美由紀<sup>3</sup>・越智光一<sup>3</sup>

### 1. 緒言

エポキシ等の熱硬化性樹脂は同じ原料を用いても硬化条件により物性が異なることが知られている。これは架橋構造の空間分布(粗密)の違いによると考えられているが、架橋構造を直接捉える手段がないため明確には確認されていない。そこでFSBL熱硬化研究分科会では硬化初期の試料について溶媒膨潤することで架橋点空間分布に由来するコントラストを増大させる小角散乱法による解析手法を開発している<sup>1)</sup>。これまで我々は一般的なBisA型エポキシ樹脂について本手法を適用し、主に硬化初期のゲル化点以前の構造形成過程を検討してきた<sup>2)</sup>。本年度はより硬化が進んだゲル化点以降の架橋構造に注目して解析を行った。

### 2. 実験

[試料] BisA型エポキシ樹脂(AER260:旭化成イーマテリアルズ)と硬化剤:*m*-キシレンジアミン(*m*-XDA)を室温で等量混合したものを複数の密閉セル(厚み1 mm)に小分けし、25 °C、および50 °Cで硬化した。硬化開始後、所定の時間で試料を取り出し、大過剰のTHFに投入することで試料を膨潤させた。25 °C硬化では硬化開始後6 hr、50 °Cでは60 minまでは試料は完全に溶解したが、それ以降は数～数10倍に膨潤したゲルが得られた。それぞれの硬化温度におけるゲル化点はこの時間付近に存在すると考えられる。試料は膨潤後、測定を行うまで-20 °Cの冷凍庫に保管した。

[サンプリング]上記のようにTHFで膨潤させた試料をTHF中で剃刀を用いて約1.5 mm厚の直方体に切り出し、これをTHFと共に厚み1.8 mmで窓材に30 μm厚の平板ガラス(松浪硝子工業株式会社)を用いた溶液セルにセットし、小角X線散乱(SAXS)測定に供した。

[SAXS測定] SPring-8 BL03XU第2ハッチにて測定を行った。カメラ長:4 m、X線波長:0.15 nm、検出器:イメージングプレート、露光時間:60秒とした。

### 3. 結果と考察

Figure 1(a),(b)に25 °C、50 °C硬化試料(THFで膨潤)のSAXSプロフィールを示す。以前測定したゲル化点以前の試料(THFに溶解した固形分5 wt%溶液)の結果も一部掲載している。25 °C硬化において、ゲル化点以前では硬化時間と共に散乱ショルダーが小角シフトしているが、ゲル化後は逆に散乱が広角シフトしている。ゲル化前は反応とともに分子量が増加することで分子サイズが大きくなることを示しており、ゲル化点以降は架橋密度の増加とともに架橋点間距離が短くなっていくことと対応している。なお、25 °C硬化では、

ゲル化前、後とも小角領域の散乱強度が $q$ 依存性を示していない。これは大きな構造が存在していないことを示しており、非常に均一な架橋構造が形成されていることを示唆している。

一方、50 °C硬化ではゲル化前後とも小角領域に散乱の立ち上がりが見られる。ゲル化前の溶液では目に見える不溶分は観測されていないが、数10～数100 nmのマイクロゲルが生成し、これがTHF中に浮遊していると考えられる。ゲル化後はこのマイクロゲルが互いに結合していくことで全体がゲル化していくと考えられ、そのためにゲル化後の架橋構造は25 °C硬化に比べて均一性が大きく劣る構造となっている。

なお、本系は散乱強度が小さいため、これまでは小角領域に試料の形状・表面凹凸等に由来する散乱が現れ、25 °C硬化でも小角領域の散乱強度が $q$ 依存性を示していた。今回、試料を剃刀で直方体に切り出すとともに、セル由来の散乱を補正しやすい平板窓材溶液セルを用いることで、試料内部構造以外に由来する散乱を抑制することが可能となり、同じ原料でも低温硬化のほうが均一な架橋構造が形成されていることを明らかにすることができた。

### 謝辞

本研究はFSBL熱硬化研究分科会のテーマとして実施し、住友ベークライト、デンソー、旭化成の産学メンバーの助言のもと研究を行った。

### 【参考文献】

- 1) A. Izumi, T. Nakao, and M. Shibayama, *Soft Matter.*, **9**, 4188 (2013).
- 2) 坂本直紀, 蘇暁博, 今泉公夫, 山崎輝昌, 山本久尚, 越智光一, 2013年度FSBL成果報告書集, 1.

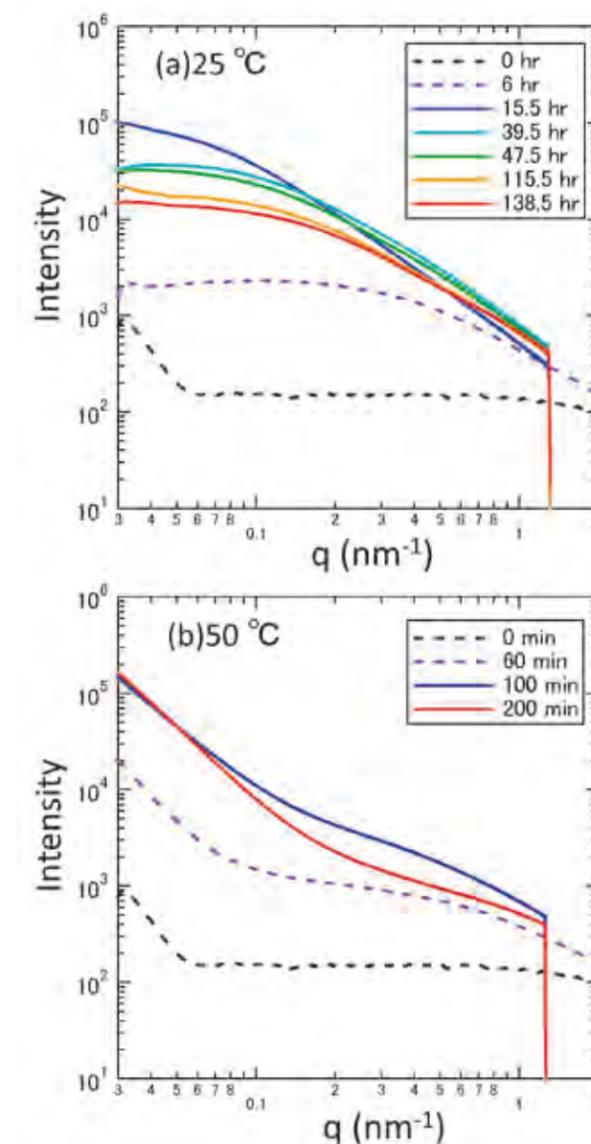


Figure 1. The SAXS profiles for the solutions or the swollen gels of the epoxy resins cured at (a) 25 °C and (b) 50 °C. Dash and solid lines shows the data before and after gelation points, respectively.

2014A7203、2014B7253

BL03XU

## ヒト角層細胞間脂質膜を模倣した人工膜の作製

関西学院大学理工学部  
中沢寛光・米永沙世・加藤知

### 1. 緒言

皮膚は我々生体の外層を覆い、そこで生命活動の維持には必須の皮膚バリア機能を発揮する。このバリア機能が発揮されることで、我々の体は過度の乾燥下でも干乾びることがなく、また外界からの異物の侵入を防ぎ、生体の恒常性を適切に維持することが出来る。皮膚はそれを構成する細胞の形状からいくつかの層に分類されるが、その中でも皮膚の最外層に位置する角層の領域が、このバリア機能に対して重要な役割を果たしている。角層は主に、内部がケラチン分子で満たされ不溶性のタンパク質で覆われた角質細胞と、この角質細胞周りを取り囲むように存在する細胞間脂質(セラミド、脂肪酸、コレステロールなどの分子種が含まれる)の領域から構成される。近年の皮膚科学や放射光技術等の発展により、バリア機能が低下したアトピー性皮膚炎や層魚鱗癬などの皮膚疾患をもつ患者の角層では、特に細胞間脂質に擾乱が生じていることが報告されており、バリア機能に対する細胞間脂質の重要性が明らかにされつつある<sup>1,2)</sup>。しかしながら、ヒトの角層は入手することが難しく、またその構造には個体差が存在するので、角層細胞間脂質の構造とバリア機能との関係性について系統立てて解析することは困難である。そこで本研究では、角層中における細胞間脂質の構造を模倣した人工膜を作製する手法を開発し、それを用いて細胞間脂質の構造特性を明らかにし、バリア機能に対する細胞間脂質の役割の解明を目指す。このような人工膜は経皮吸収試験の評価系としても期待されており、その作製方法を確立することはとても重要な課題である。

### 2. 実験

クロロホルム - メタノール 2:1 溶液中に、セラミド (non-hydroxy fatty acid ceramide)、コレステロール、遊離脂肪酸 (全て Sigma 社から購入) を 1:1:1 のモル比になるように分散し、市販のスプレーガンを用いてフィルター (GSWP, Millipore 社) 上にそれらの脂質分子を含む脂質溶液を吹き付けた。有機溶媒と脂質分子が付着したフィルターを 70 °C で 15 分間保温し、その後、過剰量の水を付加してさらに 70 °C で 15 分間保温した。得られたフィルターを細断し、カプトンフィルムで密封して、そこに放射光を照射してフィルター上に形成された人工膜の構造を解析した。全ての X 線回折実験は SPring-8、BL03XU、第 2 ハッチで実施した。水分を含有するヒトの皮膚角層に放射光を照射すると、小角領域より角層内に存在する細胞間脂質のラメラ構造 ( $s \sim 0.15 \text{ nm}^{-1}$ ,  $s = 2\sin\theta/\lambda$ ,  $2\theta$  は散乱角) とラメラ層間水に関する情報が、広角領域より細胞間脂質の側方配列構造 ( $s \sim 2.4 \text{ nm}^{-1}$ ) と自由水に関する情報が得られる<sup>3)~5)</sup>。それら広範囲の散乱を同時に観測する為、X 線の波長は 0.0886 nm (14 keV)、カメラ長はおおよそ 50 cm に設定し、検出器にはイメージ

グプレート (RAXIS-VII, RIGAKU) を用いて実験を行った。また試料に対する X 線のビームダメージの軽減化を図るため、Mo 30  $\mu\text{m}$  のアッテネータを用い、試料位置におけるビーム径をおおよそ 200  $\times$  200  $\mu\text{m}$  に設定して実験を行った。

### 3. 結果と考察

作製した人工膜に X 線を照射すると、 $s \sim 0.15 \text{ nm}^{-1}$  付近に細胞間脂質のラメラ構造に由来する回折ピークが、 $s \sim 2.4 \text{ nm}^{-1}$  付近に細胞間脂質の側方配列に由来する回折ピークが得られた。また、このピークの形状は、スプレーガンの風圧やスプレーガンとフィルターとの距離などの条件を変えると変化することがわかった。様々なスプレー条件で人工膜を作製し、その構造を詳細に解析したところ、有機溶媒がちょうどフィルター直上で揮発するような条件でスプレーすると、ヒト角層に近い細胞間脂質の配列構造が形成されることがわかった。さらに、この人工膜を用いて温度変化解析を実施したところ、ヒト角層と同様、細胞間脂質の温度相転移が確認され、またヒトでは特定が難しい流動相の出現についてもはっきりと確認できることがわかった。今後、当人工膜を用いることで、細胞間脂質の構造とバリア機能との関係解析が加速する可能性がある。

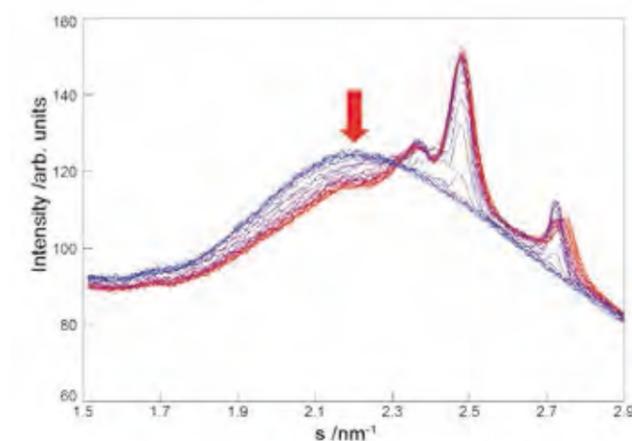


Figure 1. Wide-angle X-ray diffraction profiles of the temperature dependence in artificial lipid membranes mimicking the human stratum corneum lipid organization. The thermal behavior within a temperature range of 20 – 90 °C are illustrated from red to blue curves with increasing temperature. Broad obscure peaks are observed indicating that the presence of liquid phase (arrow).

### 【参考文献】

- 1) G. Imokawa et al., *J. Invest. Dermatol.* **96**, 523-6 (1991).
- 2) G.S. Pilgram et al., *J Invest Dermatol.* **117**(3), 710-7 (2001).
- 3) J.A. Bouwstra et al., *J Invest Dermatol.* **97**(6), 1005-12 (1991).
- 4) H. Nakazawa, S. Kato et al., *Biochim. Biophys. Acta* **1828**(6), 1424-31 (2013).
- 5) I. Hatta et al., *Biochim. Biophys. Acta* **1758**, 1830-6 (2006).

2014A7202、2014B7252

BL03XU

## 低分子量ポリヒドロキシブタン酸(PHB)の SAXS/WAXD同時測定によるラメラ構造とその形成機構の研究 I、II

神戸大学<sup>1</sup>・関西学院大学<sup>2</sup>  
佐藤春実<sup>1</sup>・尾崎幸洋<sup>2</sup>・高橋功<sup>2</sup>

### 1. 緒言

これまでの研究で、微生物由来の生分解性高分子であるポリヒドロキシブタン酸(PHB)の結晶構造中には弱い水素結合が存在し、それが結晶構造の安定化に寄与していることが分かっている。この弱い水素結合はラメラの中で隣り合う分子鎖同士を結び付けており、それらが数多く存在することで、一つ一つは弱い力であるが、数多く集まって大きな力を発揮する。

本研究で用いた分子量1000のPHBは、その分子鎖長がPHB ( $M_n = 2.9 \times 10^5$ ) のラメラ厚程度の長さしかない。にもかかわらず、予備実験のWAXD測定では、分子量の大きなPHBと同様の結晶構造を有していることが確認できた。また、赤外スペクトル測定においても、分子量の大きなPHBと同様の波数位置に結晶バンドを有し、弱い水素結合を示すバンドも確認できた。しかしながら、低分子量PHBの分子鎖の長さを考えると、結晶構造形成の過程で、折りたたみ構造を形成するとは考えにくい。そこで、本研究では、この低分子量PHBの等温結晶化過程をSAXS/WAXD同時測定で測定し、高分子量のPHBと比較検討することで、そのカメラ構造とその形成過程についての知見を得ることを目的としている。

### 2. 実験

試料であるPHBを溶融させて約0.5 mmの厚みの金属製ワッシャーに詰め、カプトンフィルムで挟んだものを小角・広角X線散乱(SAXS/WAXD)測定用試料とした。測定はSPring-8、BL03XU、第2ハッチで行った。用いたPHBの数平均分子量は1000、5000、 $2.9 \times 10^5$ である。赤外スペクトルの測定用試料としてはクロロホルム溶液から作製したキャストフィルムを用いた。温度変化SAXS/WAXD同時測定は、室温付近から融点以上まで温度を上昇させながら行った。等温結晶化測定は、温度ジャンプセルを試料ステージにセットし、透過法レイアウトで行った。検出器は70 mmおよび65 mm下流にWAXD検出器としてFlat Panel検出器を、小角X線散乱測定用の検出器としてSAXS真空パスの下流1824 mmおよび1800 mmの位置にCCDカメラを設置した。入射X線の波長は1 Åである。

### 3. 結果と考察

低分子量PHB(1000, 5000)におけるWAXDの温度変化測定では、分子量の大きなPHBの場合と同様に、規格化した格子定数 $a$ の値は温度上昇と共に大きく変化し、一方、格子定数 $b$ はほとんど変化がないことが示された。このことから、低分子量PHBでも分子量の大きなPHBと同様に結晶構造中の $a$ 軸に方向に弱い水素結合が存在しているため、温度の上

昇と共にその水素結合が弱くなり、 $a$ 軸方向に大きく広がることが考えられる。また室温でのSAXS測定から見積もられたラメラ厚は、分子量1000, 5000,  $2.9 \times 10^5$ のPHBでそれぞれ4.0, 4.2, 5.3 nmであり分子量が小さくなるとラメラ厚も小さくなるがそれほど大きな差異は認められなかった。つまり、分子量1000のPHBは、折りたたみ構造を有せずに分子鎖が配向することで分子量5000あるいは $2.9 \times 10^5$ のPHBと同様の結晶構造を形成していると考えられる。

次に、分子量1000のPHBについて等温結晶化測定を行った結果について述べる。Figure 1に113 °CにおけるPHB(1000)の等温結晶化過程のSAXSプロファイルを示す。分子量 $2.9 \times 10^5$ のPHBでは長周期は時間とともに減少傾向であるのに対し、分子量1000のPHBでは増加していた。これより見積もられる長周期 $L$ 、結晶相の厚み $l_c$ 、アモルファス相の厚み $l_a$ をFigure 2に示す。分子量の異なるPHBの結晶化挙動は、 $L$ の時間発展の様子が異なっていた。分子量1000のPHBでは分子鎖が折りたたまれずに並んで結晶化するため、等温結晶化過程で時間とともに結晶が成長していく際に、アモルファス部分が結晶相に取り込まれる際に結晶相の一部が合体するような形で結晶ラメラが成長し、その結果として長周期の増加がみられたのではないかと考えている。一方、分子量 $2.9 \times 10^5$ のPHBの場合は、ラメラ間のアモルファス部分の分子鎖が結晶部に取り込まれるようにして結晶が成長し、長周期 $L$ が減少するものと考えられる。

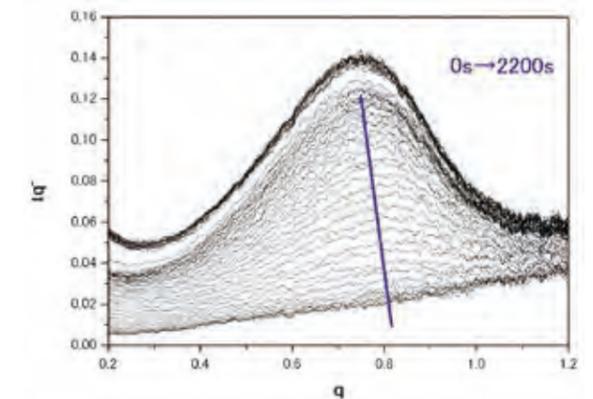


Figure 1. Lorentz-corrected SAXS profiles of low molecular weight PHB ( $M_n = 1000$ ) obtained during the isothermal crystallization process at 113 °C.

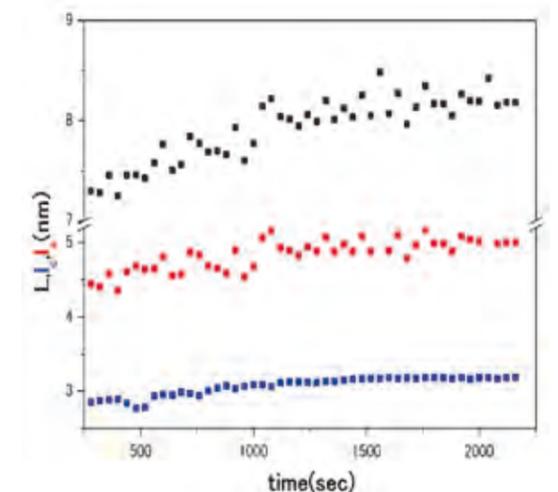


Figure 2. The lamellar-crystal thickness  $l_c$  during the isothermal crystallization process at 113 °C from 0 to 2200 s.

2014A7204、2014B7254

BL03XU

## Alkyl glycoside二次元配向結晶膜の作製と2D-WAXD構造解析

関西学院大学理工学部  
小河重三郎・大野慶貴・高橋功

### 1. 緒言

Alkyl glycosideは希少な天然糖脂質を代替する合成糖脂質であり、洗剤などの工業的用途の他、膜タンパク質の可溶化剤や結晶化剤などの生化学用途で広く用いられている<sup>1)</sup>。最近では、無溶媒状態のalkyl glycoside液晶が示す誘電応答の赤外線検出素子への応用等の用途開発も試みられ<sup>2),3)</sup>、無溶媒下でのalkyl glycosideが示す構造・物性に関心がもたれてきている。

糖脂質は炭水化物と脂肪アルコールから構成される生分解性材料であり、さらに常温付近の温度で溶液塗布法などにより自発分極等の特徴的な特性を有する機能性結晶膜が作製できれば、簡便、低価格、そして環境に優しいグリーンイノベーション材料の創製に繋がることが期待される。しかし、合成糖脂質の中には適切なサイズの単結晶作製が困難なため単結晶構造解析が適用できない物質も多くあり、材料用途開発を目指す上では結晶構造についての詳細な知見獲得も同時に進めていく必要がある。

我々は単結晶性金属基板上にalkyl glycoside配向結晶膜の作製を試みた。この試みは二重の目的を有する。一つは機能性獲得に際して重要な配向性を付与することである。もう一つは、作製した配向結晶膜について二次元広角X線回折(GI-WAXD)を行うことで、適切なサイズの単結晶作製が困難な糖脂質結晶の構造についても詳細な知見を獲得することである。今回は、適切なサイズの単結晶の作製が困難であることが知られ、また機構解明がなされていない結晶相間相転移を示すoctyl  $\beta$ -D-glucoside ( $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu)について、二次元配向結晶膜の作製とGI-WAXD測定による結晶化膜の構造解析を試みた。

### 2. 実験

今回測定した $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu(Figure 1)は和光純薬工業株式会社より購入した。体積比を1:2とするmethanol/chloroform混合溶媒中に $\beta$ -C<sub>8</sub>-Gluが20 wt%となるよう溶解させ、これをSi(100)ウエハー上に4,000 rpmで50 secの間スピコートすることで $\mu$ m厚みの脂質膜を作製した。スメクチック液晶相を形成する融点以上の温度でアニール処理を行った後、常温まで冷却し、密閉容器中で数日間静置することで結晶化させた。GI-WAXD測定はSPring-8、BL03XU、第1ハッチで実施した(波長0.1 nm)。X線の入射角は $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu薄膜の全反射臨界角以上の角度である0.3°で測定した。

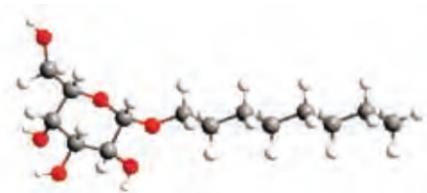


Figure 1. Molecular structure of octyl  $\beta$ -D-glucoside ( $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu).

### 3. 結果と考察

Si(100)上に作製した $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu結晶膜について2D-WAXD測定を行ったところ、規則だった逆格子パターンが得られることが判った(Figure 2)。この結果は、基板に対し垂直な結晶軸方向に配向した結晶構造からなる多結晶膜が形成していることを示している。また、黄色の○で示される反射斑点は双晶由来と考えられ、結晶化手法において改良の余地があることが示唆される。他方で、Figure 2の結果は $\beta$ -C<sub>8</sub>-Gluはアノマー異性体である $\alpha$ -C<sub>8</sub>-Gluのような典型的な二分子膜を基調とするラメラ結晶( $a \approx \text{bilayer} \gg b \gg c$ )ではなく、コラムナ状結晶( $a, b \approx \text{or} > \text{bilayer} \gg c$ )の形成を強く示唆しており、これまで報告されているalkyl glycoside結晶の中でも特異な構造に分類される結晶を形成していることが明らかになった。最近の顕微鏡観察結果では、得られる配向結晶膜の結晶ドメインサイズは作製法に大きく依存することが示されている。今後、さらに良質な二次元配向結晶膜を用いて常温そして常温以上の温度領域における結晶構造変化について解析することで、これまで未解明であった $\beta$ -C<sub>8</sub>-Gluの結晶格子の特定や、50-62 °C付近で観測される潜熱の出入りを伴う結晶間相転移挙動について検討することを考えている。今回の研究より単結晶作成が難しい糖脂質においても単結晶性金属基板上において配向性結晶膜が作製可能であり、作製された二次元的配向結晶膜に対して2D-WAXD解析を適用することは有用な構造評価法に成り得ることが示された。

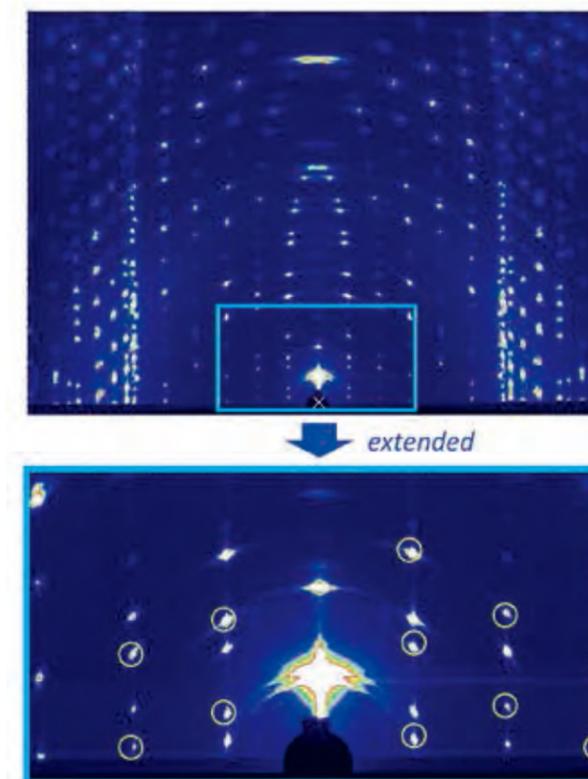


Figure 2. 2D-WAXD profile of  $\beta$ -C<sub>8</sub>-Glu crystalline film at 30 °C. Yellow circles indicate the reflection plots of twin crystals.

#### 【参考文献】

- 1) 篠田雄大, 染谷知美, 白水美香子, 膜タンパク質構造研究 第13章 界面活性剤, 脂質等の選択, 岩田想編, 株式会社化学同人出版, 111-119 (2013).
- 2) W. L. Kwong, W. C. Gan, W. H. A. Majid, R. Hashim and T. Heidelberg, *Thin Solid Films*, **518**, 4412-4416 (2010).
- 3) B. K. Ng, T. S. Velayutham, W. C. Gan, W. H. A. Majid, V. Periasamy, R. Hashim and N. I. M. Zahid, *Ferroelectrics*, **445**, 67-73 (2013).

2014A7205、2014B7255

BL03XU

## 液晶ナノエマルジョン中の層構造ダイナミクス

京都大学  
坊野慎治、高西陽一

### 1. 緒言

近年我々はこれまでに、液晶と界面活性剤がそれぞれミセルのコア部とシェル部を成す液晶ナノエマルジョン(LCNE)の作成に成功している<sup>1)</sup>。この液晶ナノエマルジョンは、コア部の液晶が液体相で色素分子を包括し、N相に相転移すると水中にリリースすることが観測され、相転移を利用したドラッグデリバリーシステム(DDS)への応用展開が期待される。今回我々は異なる二種類の液晶相(SmAとN)の液晶ナノエマルジョンのコア間の液晶分子の拡散過程を、時分割放射光X線回折実験により研究した。その結果、SmA液晶とN液晶の混合により、相関長や層間隔が時間変化することが明らかになった。さらに、得られた諸物理量の時間発展は、散乱光強度の時間発展とほとんど一致することが明らかになった。

### 2. 実験

用いた液晶試料は8CBと7CBで、これらと両親媒性高分子(PEO-PCNBPHMA)を2:1~6:1の混合比で混合した後、精製水中に分散させ60℃で超音波処理を行った。8CBでの液晶ナノエマルジョン溶液(8CB-LCNM)における液晶の質量濃度は約0.05 wt%である。次に7CBを用いてLCNM溶液を8CB-LCNMとは別に作成し、7CBと8CBの比が1:5になるように混合した。混合開始時を時刻 $t=0$ とし、温度を26℃に保ち、時分割放射光X線回折実験を行った。各化合物の化学構造をFigure 1に示す。

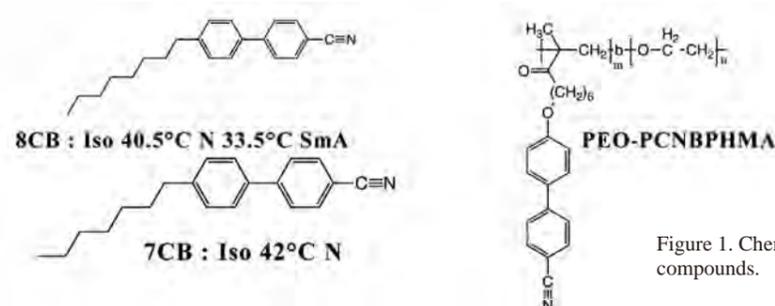


Figure 1. Chemical structures of used compounds.

測定はBL03XU、第2ハッチにて、マクロビーム光学系( $\lambda=1\text{\AA}$ , カメラ長1.7 m, ビームサイズFWHM  $120 \times 120\mu\text{m}^2$ )を用い、肉厚10  $\mu\text{m}$ の1.5 mm $\phi$ ガラスキャピラリーに液晶ナノエマルジョンを充填し、パーナーで封じ切って測定試料とした。自作の電気炉に試料をセットして温度制御しつつ、キャピラリー長手方向に対して垂直にX線を入射して二次元X線散乱測定を行った。検出器は主にイメージングプレートを用い、測定の露光時間は240 secで、各測定の間隔は約400secである。得られた回折プロファイルをローレン

ツ関数でフィッティングすることで相関長と層間隔、X線感受率をそれぞれ見積もった。

### 3. 結果と考察

Figure 2に規格化された相関長 $\xi_0$ 、層間隔 $d_0$ 及びX線感受率 $\sigma_0$ の時間発展を示す。それぞれ $t=0$ で1に、 $t=\infty$ で0になるような規格化を行っている。比較のため光散乱実験により得られた散乱光強度の時間反転 $-i_0(t)$ を示した。十分時間が経過した後( $t > 5\text{h}$ )でもX線回折ピークが観察された。これは、コア中の二つの液晶の濃度が拡散により均一になった後も、層秩序を有することを示している。また全ての物理量は連続的に変化し一定値に収束していることがわかる。この結果は、ミセルコア間で液晶分子が拡散していることを直接的に示す結果である。さらに、コア間における液晶の拡散現象が連続的に進行していることから、拡散の素過程はミセル形状を保ったままコアの液晶分子のみが再分配される過程であり、二つ以上のミセルが溶液中で衝突し、合体するような過程ではないことが示唆される。

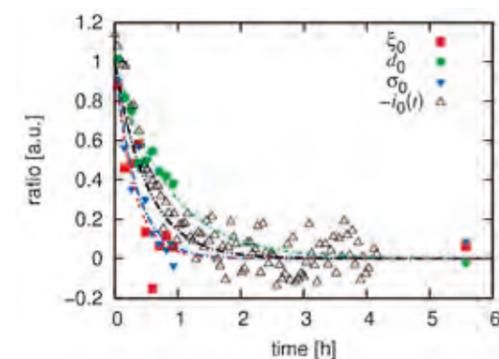


Figure 2. Time evolution of normalized correlation length  $\xi_0$ , layer thickness  $d_0$ , x-ray susceptibility  $\sigma_0$  and DLS intensity  $-i_0(t)$ .

拡散に伴う層間隔の時間発展を改めてFigure 3に示す。層間隔は混合初期状態において約31.65 $\text{\AA}$ であり、十分時間が経つと約31.45 $\text{\AA}$ となる。また、7CBと8CBの濃度比は1:5になるように調整しているため、十分時間が経った後にミセルコア間の液晶濃度が一様な状態になっているとすると、7CB濃度は20%程度と考えられる。有効アルキル鎖長依存性を考えると、有効アルキル鎖長は炭素数 $n$ にして $n=7.8$ 程度であると期待される。文献2)での数値を考慮すると有効アルキル鎖長は $n=8$ である8CBから $n=7.8$ 程度になった場合、約0.25 $\text{\AA}$ 短くなると推定され、今回得られた結果である約0.2 $\text{\AA}$ の減少は定量的によい一致を示している。以上より、液晶ナノミセルコアに着目すると混合していない初期状態から、十分時間が経つと一様な状態が実現していることが層間隔の変化からも示唆される。

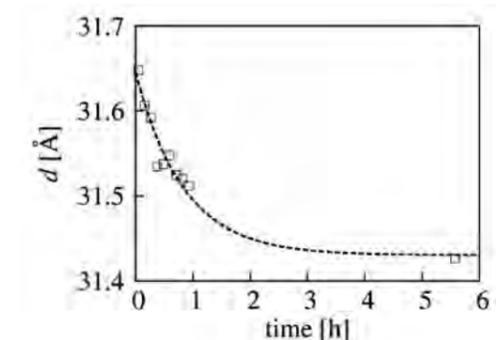


Figure 3. Time evolution of layer thickness  $d$ .

### 【参考文献】

- 1) S. Bono et al., *EPL*, **109**, 26004 (2015).
- 2) Y. Yamaoka, et al., *J. Chem. Phys.* **135**, 044705 (2011).

2014A7205、2014B7255

BL03XU

## サーモトロピック液晶性部位を有する人工リン脂質： 小角放射光散乱測定によるリオトロピック液晶相の 電場および光誘起液晶相転移挙動の解析

東北大学<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>・キャノン(株)<sup>3</sup>  
蟹江澄志<sup>1</sup>・松原正樹<sup>1</sup>・高西陽一<sup>2</sup>・高田一広<sup>3</sup>・野間 敬<sup>3</sup>

### 1. 緒言

近年、二分子膜の機能を活用した人工イオンチャンネル、タンパク質固定、生化学的センサーなどの開発検討が盛んに行われている。こうした試みは、脂質二分子膜に少量の機能性分子を導入することに主眼が置かれ、二分子膜自身が機能性を発現するというよりむしろ、単に機能性分子固定用の土台としての役割を担っている。一方、脂質二分子膜の構成成分である両親媒性分子は、ジャイアントベシクルなどのソフトマテリアルの形成<sup>1)</sup>、セラソームのような有機無機ハイブリッドの構築<sup>2)</sup>など、多様な組織構造形成に活用されている。しかしながら、膜自身の機能発現という視点から鑑みると、やはり脂質自身に機能を付与しようという試みは例を見ない。これに対し我々は、脂質二分子膜、特にリン脂質に着目し、リン脂質部位をサーモトロピック液晶に有機合成的に導入することで、光・電場・温度などの外部刺激に対してアクティブな組織構造変化・高速応答性を示す人工リン脂質、すなわち“アクティブメンブレン”を創製してきた。その結果、電場に対して高速応答するリオトロピック液晶性リン脂質をはじめて見出した<sup>3)</sup>。そこで本研究では、リン脂質部位を有する電場および光応答性有機液晶を合成し、次いでそのリオトロピック液晶性を評価するとともに、電場および光照射前後でのリオトロピック液晶の外場応答性・ナノ組織構造を解析した。

### 2. 実験

リン脂質部位を有する有機液晶分子の合成は eq. 1 に従い水酸基を有する有機液晶を出発として行った。合成したリン脂質の分子構造を Figure 1 に示す。得られた **1** もしくは **2** と水との重量比 1:1 混合物について、液晶相構造および配向変化について、偏光顕微鏡観察および SPring-8、BL03XU、第 2 ハッチでの  $\mu$ -ビーム小角 X 線散乱測定により評価した。この際、X 線波長は 0.1 nm とした。

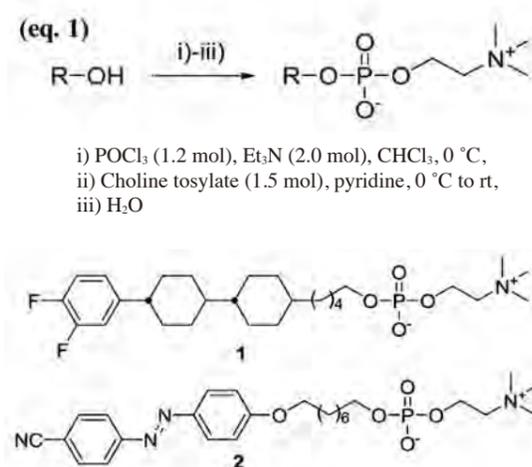


Figure 1. Chemical structures of stimuli-responsive phospholipid **1** and **2**.

### 3. 結果と考察

得られた **2** と水との重量比 1:1 混合物について、偏光顕微鏡観察および小角 X 線散乱によりリオトロピック液晶性を評価した結果、40 °C から 45 °C の温度範囲で Smectic C (S<sub>C</sub>) 相、45 °C から 130 °C の温度範囲で Smectic A (S<sub>A</sub>) 相を示した。その層間距離はそれぞれ 36 および 41 Å であった。S<sub>A</sub> 相を示す 50 °C の状態において波長 365 nm の UV 光照射前後の液晶相変化について偏光顕微鏡観察を行った結果を Figure 2 に示す。UV を照射すると瞬時に光学的等方相へ相転移した。次いで UV 光を OFF とすると、瞬時に Columnar (Col) 相に特徴的なファンテクスチャーが観察された。次いで、UV 光 OFF の状態を維持すると、次第に Col 相から光学的等方相へと転移した後、元の S<sub>A</sub> 相を形成した。この挙動は、可視光照射により促進された。ここで観察された相転移挙動を、マイクロビーム小角 X 線散乱測定により評価した。その結果、UV 光を OFF とした際に即座に現れる液晶相は Hexagonal Columnar 相であった。一方、光学的等方相においては、ブロードな散乱のみが観察された (Figure 3)。このことは、ここでは、等方的な液体状態を形成することを意味している。これは、アゾ基の *cis*-および *trans*-体の混合に由来するものであると考えられ、現在 UV-vis 測定によりその定量を行っている。

一方、合成した **1** と水との重量比 1:1 混合物は、室温から 60 °C の温度範囲で Rectangular Columnar 相 (Col<sub>r</sub>)、60 °C から約 220 °C の範囲で S<sub>A</sub> 相を示す。この S<sub>A</sub> 相に対し、10 V の直流電圧を印加すると、配向変化が観察される。そこで、小角 X 線散乱測定により配向変化の観察を試みた。測定に際し、ITO 膜付ガラスセルにサンプルを挟み、10 V の直流電圧を印加しつつ放射光照射を行った。その結果、瞬時に ITO 膜が黒変し、今回の条件では測定困難である事が明らかとなった。今後、カーボン蒸着膜などによる測定を検討している。

### 【参考文献】

- 1) G. Battaglia, A. J. Ryan, *Nature Mater.*, **4**, 869 (2005).
- 2) K. Katagiri, K. Ariga, J. Kikuchi, *Chem. Lett.*, 661 (1999).
- 3) K. Kanie, J. Sekiguchi, X. Zeng, G. Ungar, A. Muramatsu, *Chem. Commun.*, **47**, 6885 (2011).

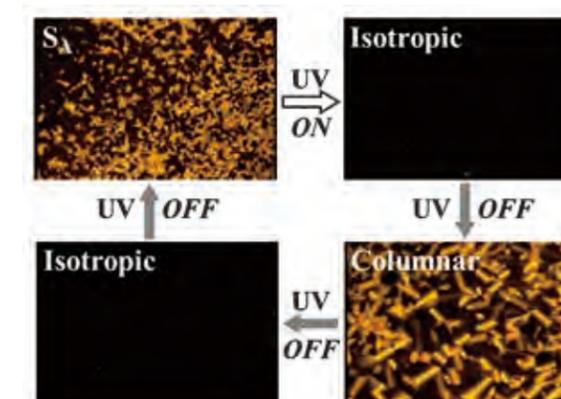


Figure 2. UV-irradiated isothermal LC phase transition behavior of 1/H<sub>2</sub>O = 1/1 (wt/wt) at 50 °C.

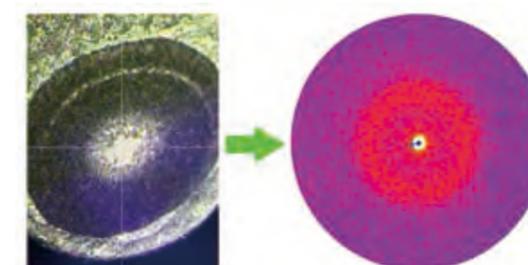


Figure 3. A synchrotron  $\mu$ -beam irradiated SAXS pattern of optically isotropic phase of 1/H<sub>2</sub>O = 1/1 (wt/wt) at 50 °C.

2014A7205、2014B7255

BL03XU

## USAXS及びAFMを用いた ポリウレタン中のカーボンブラックの分散解析

キャノン(株)<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>・東北大学<sup>3</sup>山川秀充<sup>1</sup>・長尾昌志<sup>1</sup>・向出大平<sup>1</sup>・高田一広<sup>1</sup>・野間敬<sup>1</sup>・高西陽一<sup>2</sup>・蟹江澄志<sup>3</sup>

### 1. 緒言

ナノ粒子を基材中に分散させて各種物性が発現するナノコンポジット材料は、機能材料として様々な製品や部品に利用されている。しかし、この種の機能材料においてナノ粒子の分散状態を制御することは容易でなく、添加するナノ粒子の大きさや量、分散過程の違い等、様々な要因によって分散状態は変動する。そのため、ナノコンポジット材料の開発にとってナノ粒子の分散に関する情報を把握するためには、多面的な解析による評価が重要である。本検討ではカーボンブラック(CB)を基材中に分散させることによって生じるCBのマルチスケール構造[一次粒子から構成される一次凝集体(アグリゲート)、一次凝集体から構成される二次凝集体(アグロメレート)]を、超小角X線散乱(USAXS)による逆空間の情報および原子間力顕微鏡(AFM)による実空間の情報を組み合わせる事で解析を行った。

### 2. 実験

試料にはポリウレタンにCBを分散させた材料を採用した。MEK中にポリオール、イソシアネートを添加した分散媒中でCBを攪拌し、その攪拌時間を変えることで分散を制御した。CBの添加量は25wt%、攪拌時間は0.5~24hとし、分散液を平板上で硬化させて測定試料とした。USAXS測定はSPring-8、BL03XU、第2ハッチを使用し、X線波長を0.2nm、カメラ長を7.8m、露光時間を10secとした。0.3mm厚の試料にX線を透過させて発生した散乱光をイメージングプレートで二次元データを検出した。二次元データの一次元プロファイル化後、Unified model<sup>1)</sup>によるフィッティングを行いアグリゲート及びアグロメレートの大きさ、マスフラクタル次元を取得した。また、試料表面をAFMで観察して得られた画像に対してアグリゲートの位置情報を抽出することで、点分布としてCBの分布パターンを認識可能な画像解析法(K関数法<sup>2)</sup>)による解析を実施した。規格化したアグリゲート間距離頻度 $L(r)$ の最大値 $L(r)_{max}$ を用いて分散状態を評価した。

### 3. 結果と考察

USAXSプロファイルより得られたCBの大きさ、及びマスフラクタル次元について各試料で比較したところ、攪拌時間によるアグリゲートの状態変化はみられなかったものの、Figure 1に示すようにアグロメレートの状態変化が観測された。この結果は攪拌過程でアグロメレートが小さくなり形状が崩壊していること、また、その際にアグリゲートの大きさ、形状は保持されていることを示している。

Figure 2に試料表面のAFM像及び $L(r)$ プロットの例(攪拌時間24h)を、Table 1に各試料における $L(r)$ の最大値 $L(r)_{max}$ を示した。 $L(r)_{max}$ は攪拌時間に応じて小さくなり、0に近づいている。 $L(r)_{max}$ が0に近づくことは特定距離における距離頻度の偏りが解消すること、つまり点分布のランダム性が高くなることを意味するため、攪拌によってアグリゲートの分散度が向上していると考えられる。

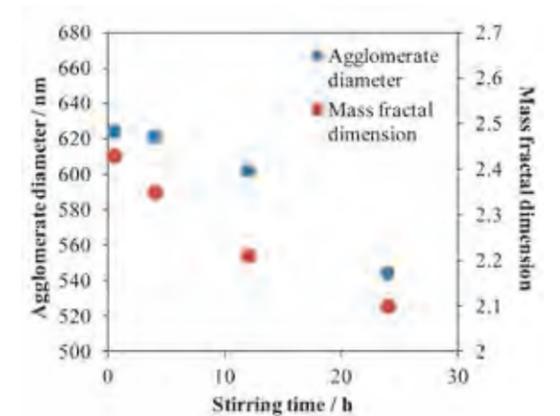


Figure 1. Stirring time versus agglomerate diameter and mass fractal dimension calculated from USAXS profile.

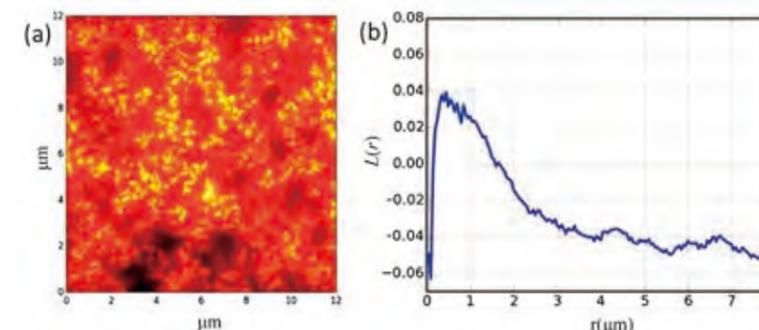


Figure 2. (a) AFM image and (b)  $L(r)$  plot of CB dispersion.

Table 1.  $L(r)_{max}$  values obtained by AFM image.

Stirring time (h)	$L(r)_{max}$
0.5	0.21
4	0.14
24	0.03

両分析手法により得られた結果を総合すると、CBの攪拌過程ではアグロメレートが崩れ小さくなると共に、これを構成するアグリゲートは粒径、形状を保持した状態で分散度が高くなっていくと推察された。以上、本検討ではUSAXSおよびAFMを組み合わせ、基材中に分散したCBのアグリゲート及びアグロメレートに関して、大きさ、形状、分布に関する詳細な情報を取得する事で分散状態を把握することができた。

### 【参考文献】

- 1) G. Beaucage, *J. Appl. Crystallogr.*, **28**, 717(1995).
- 2) 島谷健一郎, 日本生態学会誌, **51**, 87(2001).

2014A7206

BL03XU

## 急速昇降温ステージ開発とポリエチレンオキシド薄膜の等温結晶化過程の観察

(株)クラレ<sup>1</sup>・Stony Brook University<sup>2</sup>  
浅田光則<sup>1</sup>・古賀忠典<sup>2</sup>

### 1. 緒言

結晶性高分子薄膜の高次構造は空気/高分子界面(表面)と高分子/基板界面の影響を受けると考えられている。表面と基板近傍での分子運動性の違いに基づいた結晶化モデルも提案されている<sup>1)</sup>。我々はポリエチレン薄膜の融解挙動や様々な条件で結晶化したポリエチレンオキシド(PEO)薄膜の構造を調べ、結晶化度、積層ラメラの乱れ、配向などの高次構造が膜厚方向において不均一であることを示した<sup>2),3)</sup>。とくに基板に強く物理吸着した“ナノ吸着層”<sup>4)</sup>が高次構造の不均一に大きな影響を及ぼすものと考えた。

本実験では、PEO薄膜の等温結晶化過程のその場微小角入射広角X線回折(GIWAXD)／微小角入射小角X線散乱(GISAXS)測定を試みた。上述の仮説を検証するには結晶化過程のその場観察がもっとも有効である。X線の入射角度をPEO薄膜の臨界角前後で変えてX線の侵入深さを調整することで、結晶化が表面と界面近傍でどのように進行するのか、さらに膜厚や結晶化温度がどのように影響するか明らかにすることが狙いである。

### 2. 実験

**試料作製：**フッ酸で表面の自然酸化層をエッチング処理したシリコン基板上にPEO(数平均分子量 20,000 g/mol)のトルエン溶液をスピネクキャストすることでPEO薄膜を作製した。膜厚がおよそ100 nmになるように溶液濃度を調整した。樹脂の融解温度である64℃(10℃/minでのDSC測定)よりも十分に高い85℃で薄膜を2時間熱処理して、あらかじめナノ吸着層を形成させた。

**急速昇降温ステージ：**結晶性高分子薄膜の等温結晶化をその場で精密観測するための温調ステージを作製した(株式会社リガクに依頼)。同一ステージで加熱(ブロックヒーター)と冷却(液体窒素循環)が実施できるように設計した。同装置の加熱・冷却速度は最大200℃/minであり、ステージ温度の変動は0.1℃以内である。温度ジャンプ時のオーバーシュートも起こらない。薄膜の温度を熱電対で直接計測し、ステージの設定温度と乖離しないことを事前に確認した。

**等温結晶化とX線測定：**結晶化温度にてあらかじめPEO薄膜を光学調整したのち、80℃で2 min 溶解させてから温度ジャンプした。結晶化温度は20℃および40℃とした。ステージの降温速度はおよそ70℃/minであった。実験はBL03XUの第1ハッチで実施した。GIWAXD測定にはFPD検出器を、GISAXS測定にはイメージインテンシファイア付きCCD検出器を用いた。X線波長は0.1 nm、X線入射角度は0.08°と0.12°とした。GIWAXDおよびGISAXS測定での露光時間はそれぞれ3秒と4秒とし、5秒間隔で連続

測定した。

### 3. 結果と考察

Figure 1にPEO薄膜を40℃で等温結晶化したときのGIWAXD写真を示す。入射角は0.12°であり薄膜全体の観察である。ステージが40℃に到達して約100 sec後に結晶化が開始した。図中に矢印で示すように、PEOの120回折は*in-plane*方向に出現し、時間が経過しても回折パターンはそのまま変化せず強度のみが増加した。このことは40℃において、ラメラ晶の分子鎖折り畳み面が基板に平行に配列した*flat-on*ラメラのみが形成したことを示している。一方、20℃で結晶化したときは、分子鎖折り畳み面が基板と垂直に配列した*edge-on*ラメラが形成した。

GISAXS測定で観測したラメラ構造からの散乱もGIWAXD測定の結果と同じであった。本実験での配向の結晶化温度依存性はこれまでの報告<sup>5)</sup>ともよく一致した。

結晶化の誘導時間(温度ジャンプの瞬間から結晶化が始まるまでの時間)を比較すると、20℃よりも40℃で結晶化したときに誘導時間が長い。しかし結晶化開始後の120回折強度の時間変化には違いがなかった。このことはPEO薄膜の結晶化挙動が温度で異なることを示唆し、基板の影響が温度で異なるのではないかと予測される。この考えを検証するために入射角0.08°で測定したデータを確認したが、PEOからの回折信号は得られていなかった。PEO融解と温度ジャンプの操作中に光学調整のずれが生じてしまったものと考えられる。今後薄膜表面と内部を分離して結晶化挙動をその場観察するために、光学調整の仕方など実験方法を工夫していく。

#### 【参考文献】

- 1) Wang *et al.*, *Macromolecules*, **41**, 2548 (2008).
- 2) Asada *et al.*, *Macromolecules*, **45**, 7098 (2012).
- 3) Asada *et al.*, *Soft Matter*, **10**, 6392 (2014).
- 4) Gin *et al.*, *Phys. Rev. Letts.*, **109**, 265501 (2012).
- 5) Schnherr *et al.*, *Macromolecules*, **36**, 1199 (2003).

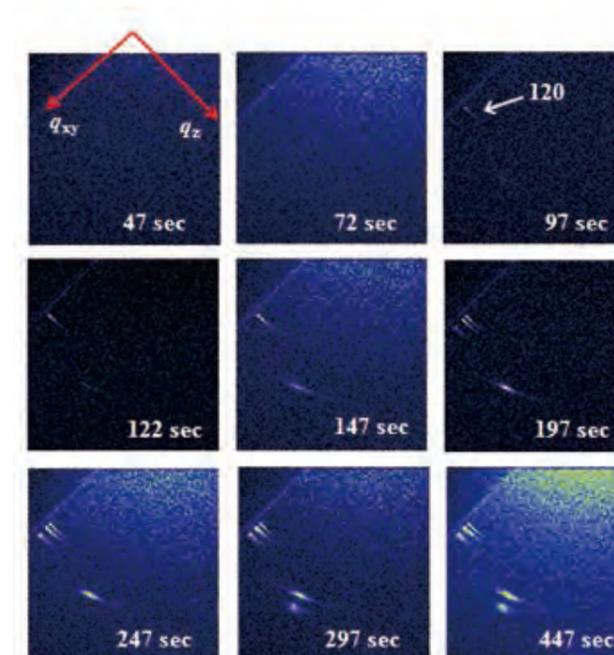


Figure 1. The obtained GIWAXD pictures for the melt crystallized PEO thin film at 40℃. The elapsed time after the temperature-jump is presented in each picture.

2014B7256

BL03XU

## キャスト溶媒の溶媒性の違いによる高分子マトリクス中の ブロック共重合体ミセルへの影響

三重大院工<sup>1</sup>・株式会社クラレ<sup>2</sup>  
土屋徹州<sup>1</sup>・鳥飼直也<sup>1</sup>・浅田光則<sup>2</sup>・鎌田洋平<sup>2</sup>・石井孝浩<sup>2</sup>

### 1. 緒言

ブロック共重合体とその構成成分ホモポリマーの混合系が形成する相分離構造については、これまでに数多くの研究がなされ、相分離構造に対するホモポリマーの分子量、ブレンド比の影響などが明らかにされている<sup>1)~3)</sup>。これまでの研究の殆どは、キャスト溶媒にブロック共重合体の共通良溶媒を用いて作り出された相分離構造を対象に行われてきた。本研究では、キャスト溶媒に選択溶媒を用いて作り出されるミセル構造を調べ、キャスト溶媒の溶媒性の違いによるミセル構造への影響を明らかにする。

### 2. 実験

試料には、スチレン-イソプレン(SI)二元ブロック共重合体(数平均分子量  $M_n=163 \times 10^3$ 、分子量分布  $M_w/M_n=1.07$ 、ポリスチレンの体積分率  $f_{PS}=0.75$ )及び、分子量が異なる4種類のスチレンホモポリマー(HS) ( $M_n=10 \times 10^3$ 、 $60 \times 10^3$ 、 $100 \times 10^3$ 、 $1,050 \times 10^3$ )を用いた。共通良溶媒のトルエンから得たキャスト膜中では、SI単独ではシリンダー構造を形成することが確かめられた。ここでは、キャスト溶媒として、ポリスチレンに対する選択溶媒のp-ジオキサンを使用した。得られた溶媒キャスト膜は、真空下、150℃で24hrsの熱処理したものとas-cast膜を用意した。

小角X線散乱(SAXS)測定は、SPring-8、BL03XU、第2ハッチで行った。測定に使用したX線の波長 $\lambda$ は0.1nmで、カメラ長は約1.8mであった。検出器にはイメージングプレートを使用した。SAXS測定では、溶媒キャスト膜の膜面に対して垂直な方向からX線を照射するThrough view測定を実施した。

### 3. 結果と考察

Figure 1に、分子量が10kと1,050kのHSそれぞれにSIブロック共重合体をブレンド比HS/SI=83/17で混合した系の電子顕微鏡写真(TEM)を示す。TEM観察用の試料はオスミウム酸で染色していることから、TEMイメージ中のコントラストの暗い領域がポリイソプレン(PI)相、明るい領域がポリスチレン(PS)相に対応する。いずれの系もPI相が球状のドメインを形成していることが確認された。PIドメインのマトリクス中での分布はHSの分子量に依存し、HSの分子量が低い場合にはHS10kの系のようにPIドメインがマトリクス全体に均一に分布していたのに対して、分子量が極端に高い場合にはHS1050kの系のようにPI球状ドメインが凝集したマクロ相を形成した。トルエンをキャスト溶媒に用いた場合には、HS1050kをマトリクスとする系では、マクロ相分離が起こり、SIリッチのマクロ

相中で球状とは異なるマイクロ相分離構造が観察された。

Figure 2に種々の分子量のHSにSIをブレンド比HS/SI=83/17で混合した系について、p-ジオキサンをキャスト溶媒として作製したas-castフィルムに対するSAXSプロファイルのHS分子量依存性を示す。いずれのプロファイルにも球状ドメインに由来する形状因子のブロードなピークと、 $q=0.12-0.14 \text{ nm}^{-1}$ に球状ドメイン同士の相関に由来する構造因子の比較的鋭いピークが観察された。ここには示していないが、熱処理によって、SAXSプロファイル中の形状因子及び構造因子のピークはいずれも不明瞭になった。観測された形状因子及び構造因子のピークは、HSの分子量が高くなる程、低q側にシフトしたことから、PIドメインサイズ及びドメイン間距離ともに大きくなることが示唆された。PIドメインサイズについては、トルエンの場合よりも、小さな値を示した。

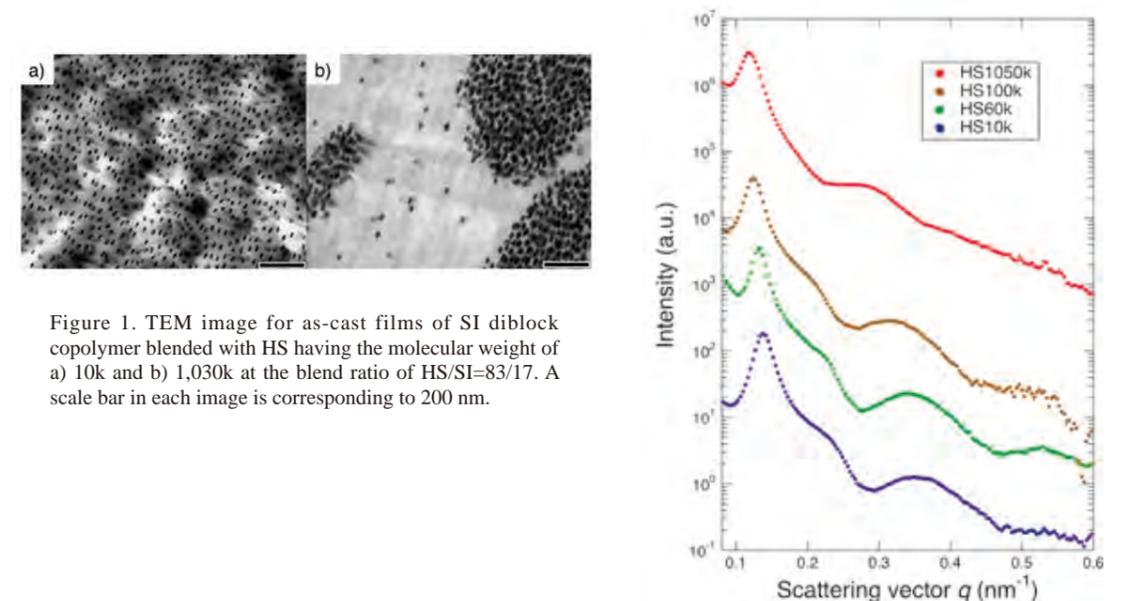


Figure 1. TEM image for as-cast films of SI diblock copolymer blended with HS having the molecular weight of a) 10k and b) 1,030k at the blend ratio of HS/SI=83/17. A scale bar in each image is corresponding to 200 nm.

Figure 2. SAXS profiles for as-cast films from p-dioxane solution of the blends of SI and HS with the different molecular weight at HS/SI=83/17.

### 【参考文献】

- 1) D. J. Kinning, E. L. Thomas and L. J. Fetters, *J. Chem. Phys.*, **90**, 5806 (1989).
- 2) T. Hashimoto, H. Tanaka and H. Hasegawa, *Macromolecules*, **23**, 4378 (1990).
- 3) N. Torikai, N. Takabayashi, I. Noda, S. Koizumi, Y. Morii and Y. Matsushita, *Macromolecules*, **30**, 5698 (1997).

2014A7207、2014B7257

BL03XU

## ブチルゴム中におけるフラーレンの分散性評価

昭和電工(株)<sup>1</sup>・東京工業大学<sup>2</sup>・九州大学<sup>3</sup>上野眸<sup>1</sup>・山中悠子<sup>1</sup>・山竹邦明<sup>1</sup>・坂口泰之<sup>1</sup>・戸木田雅利<sup>2</sup>・小椎尾謙<sup>3</sup>

### 1. 緒言

ビニル系高分子の耐熱性はフラーレン添加で向上することが知られている<sup>1)</sup>。例えばポリプロピレンに2 wt% フラーレンを添加すると、5% 質量減少温度( $T_{d5}$ )が391 °Cから403 °Cに上昇する。また、 $T_{d5}$ は、フラーレンの添加量や分散方法に依存することが認められている。 $T_{d5}$ の上昇は酸化分解の過程の変化で生じるラジカルがフラーレンに捕捉されるためと考えられている。本研究は、超小角X線散乱(USAXS)法によりブチルゴム Isobutene-Isoprene Rubber: IIR中のフラーレンの分散状態を評価し、分散状態と耐熱性向上との相関を明らかにすることを目的とした。

### 2. 実験

フラーレン[フロンティアカーボン(株)製 nanom<sup>®</sup> mix ST]をトルエンに溶解し、0.1  $\mu\text{m}$  メンブレンフィルターでろ過した。この溶液を希釈した後、IIR 日本ブチル(株)製 Butyl 268、重量平均分子量  $M_w = 260000$  を添加し溶解した。トルエンを留去し、フラーレン添加量( $C_0$ )が0~8 wt%の試料を調製した。110 °Cで10 MPaあるいは1 MPaで加圧し、厚さ約1 mmのフィルムに成形した。なお、nanom<sup>®</sup> mix STはC60: 60%、C70: 25%、その他高次フラーレンを含む混合物であり、C60の直径は0.71 nmである<sup>2)</sup>。

フラーレン添加IIRフィルムの超小角X線散乱(USAXS)測定はSPring-8、BL03XU、第2ハッチで行った。カメラ長8 m、X線波長0.2 nmとし、検出器には、イメージングプレート(IP)を用いた。2次元散乱像の円環積算を行い、バックグラウンド散乱を差し引いた散乱強度( $I_x$ )を散乱ベクトル $q$ に対してプロットして散乱プロファイルを得た。

熱重量測定はNETZSCH社製TG-DTA2000SRを用い、昇温速度10 °C/minで30 °C~500 °Cの範囲で昇温し、 $T_{d10}$ を決定した。

光学顕微鏡観察はOlympus社製BX51を用いて倍率1000倍で実施した。

### 3. 結果と考察

Figure 1に $T_{d10}$ を $C_0$ に対してプロットした。 $T_{d10}$ は $C_0 \leq 1$  wt%では305 °Cから350 °Cまで上昇する一方、 $C_0 \geq 1$  wt%ではほぼ一定になった。

フラーレン添加IIRのUSAXSプロファイルを図2に示した。 $C_0$ が0~0.5 wt%の試料では、 $C_0$ の増加に伴い $q = 0.06 \text{ nm}^{-1}$ 付近の $I_x$ が僅かに増加した。添加したフラーレンがIIR中で100 nm程度の大きさの凝集体を形成し、 $C_0$ 増加とともにその数密度が増加していることが示唆される。一方、 $C_0 \geq 1$  wt%の試料では、 $q = 0.06 \text{ nm}^{-1}$ 付近とともに、 $q < 0.01$

$\text{nm}^{-1}$ の $I_x$ が急激に増加した。光学顕微鏡観察で $C_0 \leq 0.5$  wt%の試料には構造体は観察されなかったが、 $C_0 \geq 1$  wt%の試料には1  $\mu\text{m}$ スケールの大きさの構造体が0.05 個/ $\mu\text{m}^3$ 以上の密度で存在した。 $q < 0.01 \text{ nm}^{-1}$ での $I_x$ の急激な増加は、1  $\mu\text{m}$ 以上の大きさの凝集体の増加と相関していることが確認できた。 $I_x$ は $q < 0.01 \text{ nm}^{-1}$ の領域とともに $q = 0.06 \text{ nm}^{-1}$ 付近でも増加することから、この1  $\mu\text{m}$ サイズの凝集体は100 nmサイズの凝集体が凝集したものであることが示唆される。

以上の結果から、 $T_{d10}$ の $C_0$ 依存性を考える。 $C_0 \leq 0.5$  wt%ではIIR中でフラーレンは100 nmサイズに凝集している。 $T_{d10}$ の上昇はフラーレン凝集体の表面でIIRの酸化分解で生じるラジカルが捕捉されるためとすれば、 $T_{d10}$ は単位体積中のフラーレン凝集体の表面積に依存する。 $C_0 \geq 1$  wt%では、100 nmサイズの凝集体が凝集して1  $\mu\text{m}$ スケールの凝集体が形成される。1  $\mu\text{m}$ スケールの凝集体の単位質量あたりの表面積は100 nmサイズの凝集体のその1/10以下にしかない。IIRに1 wt%以上フラーレン添加しても、フラーレン凝集体の表面積は $C_0 \leq 1$  wt%のときの1/10以下しか増加しない。そのため、 $C_0 \geq 1$  wt%での $T_{d10}$ の上昇率は $C_0 \leq 1$  wt%のときの1/10以下になる。 $C_0 \leq 8$  wt%の範囲では、ほぼ一定になる。

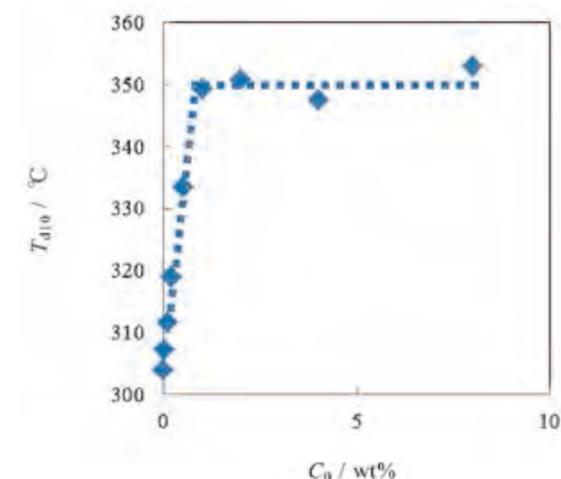


Figure 1. Dependence of  $T_{d10}$  on  $C_0$  for fullerene-added IIR. Broken lines are eye guide.

### 4. 結論

IIRにフラーレンを添加すると、 $C_0 \leq 1$  wt%では、フラーレンは100 nmサイズの凝集体を形成し、 $T_{d10}$ の上昇は $C_0$ の増加に伴い上昇した。樹脂中でのフラーレンの分散性を向上させ、1  $\mu\text{m}$ スケールの凝集体の生成を抑制することで、より少ない $C_0$ で $T_{d10}$ を向上させられる可能性がある。USAXSは樹脂中でのフラーレンの分散状態の評価に有効であり、分散手法を開発する上で必要不可欠な解析手法になる。

### 【参考文献】

- 1) L. Zhao, Z. Guo, S. Ran, Z. Cao, Z. Fang, *J Therm. Anal. Calorim.* **115**, 1235 (2014).
- 2) K. Hedberg et al., *Science*, **254**, 410 (1991).

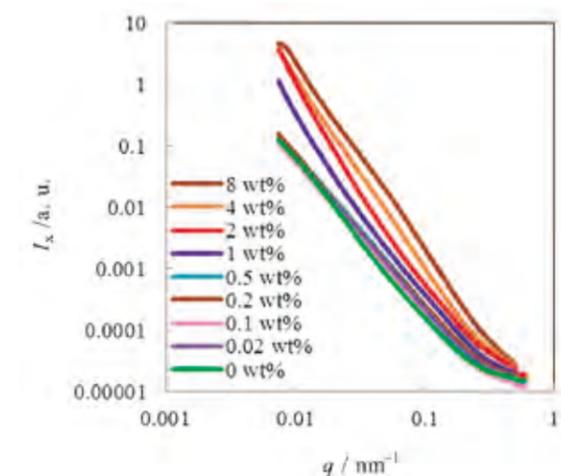


Figure 2. Scattering profiles of fullerene-added IIRs. The values of  $C_0$  are indicated in the figure.

2014A7208、2014B7258

BL03XU

## ハードエラストックポリプロピレンの変形挙動に関する研究

住友化学(株)<sup>1</sup>・東京大学<sup>2</sup>松井和也<sup>1</sup>・穂坂直<sup>1</sup>・板東晃徳<sup>1</sup>・鈴木健一郎<sup>1</sup>・篠原佑也<sup>2</sup>・雨宮慶幸<sup>2</sup>

### 1. 緒言

高分子多孔膜はリチウムイオン電池のセパレータや水のろ過装置などに利用されている。特に、ポリプロピレン(PP)は低コスト、耐溶剤性、良好な機械物性などの点からの多孔膜の原料として好適に用いられている。PPの高分子多孔膜の主な製造方法は、溶剤中での相分離を利用したものと、ラメラが高度に配向したハードエラストックPP (HEPP)を延伸するものの二つが挙げられる。後者は溶剤を使用しないために低コストで環境にも優しいというメリットがあるが、透過度が低いことが課題として挙げられる。

HEPPから高分子多孔膜を製造するプロセスは主に3つに分類される：①HEPPのアニール、②室温での延伸(冷延伸)、③高温での延伸。分子構造、アニール条件、延伸条件が透過度に影響することが知られている。例えば、冷延伸時の伸長率が最終的な多孔構造と透過度に影響することが知られているが<sup>1</sup>、その要因について、詳細な構造変化と関連づけた検討はなされていない。

そこで本研究では、広角(WAXS)/小角(SAXS) X線散乱法を用いて、HEPPの冷延伸過程における微視的な構造変化について調べた。また、得られた結果を基に、冷延伸条件が高温延伸後の透過度に影響する要因について検討した。

### 2. 実験

サンプルは、アイソタクチック PP を用いた。HEPP は、200 °C で溶融した PP を 90 °C のロールに押し出し、50 m/min で高速延伸した後に、150 °C で30分間アニールして作製した。得られたフィルムは、延伸方向と平行に JIS7 号のダンベルで打ち抜き、X 線散乱用の試験片とした。X 線散乱実験は、SPring-8、BL03XU、第2ハッチ、ならびに、Photon Factory の BL-6A で行った。試験片は、小型延伸機 (Linkam 社製 TST350) に取り付け、室温条件下でひずみ速度  $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  のひずみを加えながら、SAXS と WAXS の同時測定を行った。透過度 (ガーレー値) の評価は冷延伸後に 130 °C で高温延伸した試験片で行った。

Table 1. The gurley value as a function of strain for the cold stretching ( $\epsilon$ ) followed by hot stretching; strain for the hot stretching is 0.6.

$\epsilon$	Gurley value [sec]
0.1	>5000
0.3	902
0.5	1953
1.0	2129
1.25	>5000

### 3. 結果と考察

Table 1 に透過度の評価結果を行った。ガーレー値が低いほど多孔膜の透過度が高いことを意味する。冷延伸時の伸長歪みが  $\epsilon = 0.3$  の時に最も透過度が高くなった。Figure 2 (a) に示すように、透過度が最も高くなる伸長歪みは、最初の降伏点から再び応力が立ち上がり始めるステージIIとIIIの間であることが分かった。

Figure 2 (b) は、一次元WAXSプロファイルから求めた結晶ピーク (110面反射) における半値全幅(FWHM)の伸長歪み依存性を示したものである。ステージIIではFWHMはほぼ一定で、結晶部の塑性変形が抑制されていることが分かった。一方で、ステージIIIからステージIVにかけてFWHMが急激に増加しており、結晶部の塑性変形が進行していることを示唆している。

Figure 3 に各伸長歪みでのMD方向のセクター平均SAXSプロファイルを示す。延伸前はラメラ由来のピークのみが観察されていたが、延伸に伴い、ステージII以降でボイドに由来する強い散乱が観察された。ステージIIではボイド由来の散乱ピーク強度の増加がみられ、ボイドの数が増加していることが示唆された。一方で、ステージIIIではボイド由来の散乱ピークが小角側にシフトし、ボイドが拡大していると考えられる。ステージIVではボイド由来の散乱ピークがさらに小角側にシフトする一方で、散乱ピーク強度は減少傾向を示した。これは、結晶部の塑性変形によりラメラの断片化が起こり、ボイド同士の凝集が起こったことに由来すると考えられる。

以上の結果から、高温延伸前のボイドの数が多いほど透過度が高くなるが、冷延伸時の歪み量が大きくなると結晶部の塑性変形が起きてしまい、高温延伸後の透過度は低くなることが分かった。冷延伸過程において、結晶部の塑性変形が進行すると、高温延伸時にラメラの崩壊が起こりやすくなり、ボイドの拡大が効率的に進行しなくなるためだと考えられる。

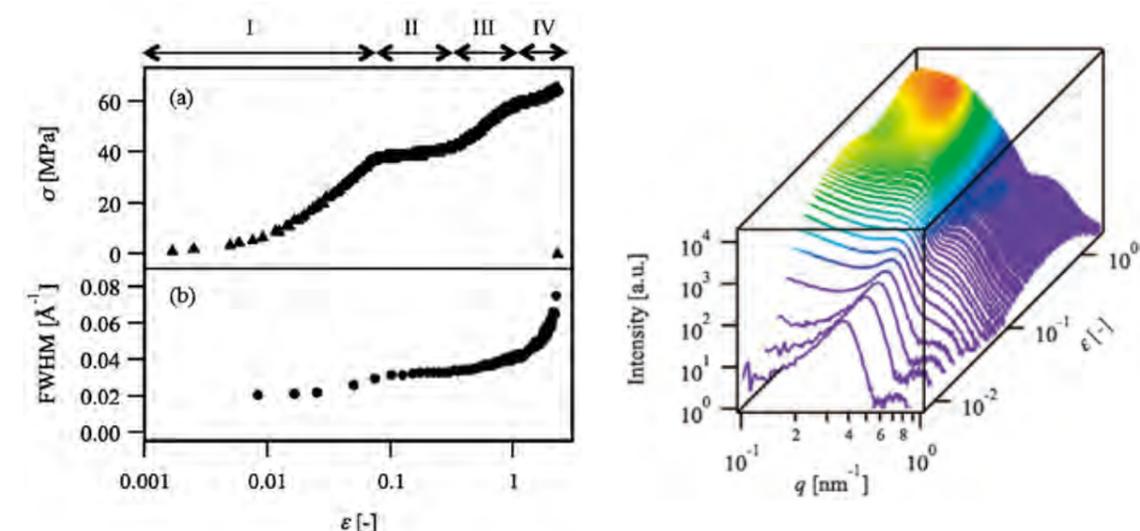


Figure 2. (a) Stress-strain curve and (b) the change in FWHM of 110 reflection at different strain during cold stretching.

Figure 3. The changes in sector averaged SAXS profiles in MD direction at different strain during the cold stretching.

### 【参考文献】

1) A. Saffar *et al.*, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **53**, 14014 (2014).

2014A7208、2014B7258

BL03XU

## シリコン系材料に対するXPCS法によるダイナミクス測定

住友化学(株)<sup>1</sup>・東京大学<sup>2</sup>西田理彦<sup>1</sup>・池内淳一<sup>1</sup>・篠原佑也<sup>2</sup>・雨宮慶幸<sup>2</sup>

## 1. 緒言

シリコン系材料は、生体材料(カテーテル、人工乳房)、衝撃吸収材(耐震マット、ボールペングリップ、スポーツ用品)など幅広い分野で使用され研究開発が行われている。これらの分野では、力学物性の向上、耐熱性や熱伝導度の向上を目的としてシリコンマトリクス中にサイズおよび形状の異なる種々のフィラーを含有した材料が使用されている。シリコン系材料を開発していくうえで多くの分野で力学物性が課題となっている。たとえば、①生体材料では安全面から体内での材料破壊を防ぐために破壊強度が大きいこと、②衝撃吸収材では衝撃吸収性能上昇のために損失係数 $\tan\delta$ が大きいことなどが特に重要である。高破壊強度でありながら衝撃吸収性能を向上するためには、シリコン系材料中のフィラーの分散状態とフィラーと高分子の吸着形態(界面)の両方を分子論的に理解し材料設計していくことが重要である。そのためには、材料開発と並行してフィラーおよび高分子の時空間構造を幅広いスケールで調べる必要がある。これまでシリコン系材料に関し、静的構造は顕微鏡法や小角散乱法などを用いた研究、動的構造はNMR、中性子スピンエコー(NSE)、動的散乱(DLS)などを用いて研究がなされている。しかし、動的構造に用いられた従来手法では高分子ダイナミクスが中心に調べられており、フィラーの運動を直接観察した研究はなされていない。

我々はナノスケールのフィラーのダイナミクスを調べることにより、衝撃吸収性能などのマクロな粘弾性特性の制御を行い最適な材料設計に役立てることを目的に検討を進めている。フィラーのダイナミクスはフィラーとポリマーの結合様式により変化すると考えられ、ダイナミクスにより得られた知見はポリマーとフィラーの最適な組み合わせ、および結合形式の選択に役立つことが期待される。ナノスケールのフィラーダイナミクスを調べるために、X線光子相関分光法(X-ray Photon Correlation Spectroscopy: XPCS)を用いて検討することとした。今年度は、シリコン材料に対するXPCSの適用可能性について調査した。

## 2. 実験

XPCS測定はSPring-8、BL03XU、第2ハッチにて行った。X線波長8 keV(1.55 Å)とした。20 μm径のピンホールで準コヒーレントX線を生成し、50 μm径のピンホールで寄生散乱などを除去した。この準コヒーレントX線を345 cm下流に設置したX線光子相関分光実験用のCCD型検出器<sup>3)</sup>により測定した。XPCS測定は、シリコン系高分子にアルミナを10 wt%混合した試料を用い、測定時間間隔1sから約4000sまで実施した。

## 3. 結果と考察

XPCS測定によって得られた二次元散乱パターンをFigure 1に示す。シリコン系高分子中のアルミナ粒子の揺らぎにより生じるスペckルパターンを観察することができた。

XPCS測定中に試料の状態が変化していないか、二次元パターンを円環平均することにより得られる散乱強度プロファイルの経時変化を調べた。散乱強度のプロファイルの形状には変化が見られなかったが、散乱強度は変動した。散乱強度の測定開始直後の強度 $I(0)$ と測定開始からある基準時間で規格化した $t$ 秒後の強度 $I(t)$ の比 $I(t)/I(0)$ の時間変化をFigure 2に示す。XPCSの測定中、2割程度の強度変化が生じたことがわかった。

$$g^{(2)}(q, t) = \frac{\langle I(q, 0)I(q, t) \rangle}{\langle I(q, 0) \rangle^2}, \quad \left( \langle \dots \rangle = \int_{T_1}^{T_2} \dots dt \right) \quad (1)$$

また、散乱強度から式(1)を用いて求められる時間相関関数について、測定中の経時変化がないか調べたところ、相関関数についても、解析に用いるデータ範囲によって変動することがわかった。

測定中にX線の散乱強度やスペckルから得られる相関関数変動しており、X線照射による試料のダメージなどの影響が考えられる。今後、変動の原因を明らかにし、安定して相関関数を得られる測定条件の確立を目指す。

## 【参考文献】

- 1) Y. Shinohara, H. Kishimoto, T. Maejima, H. Nishikawa, M. Takata, and Y. Amemiya, *Materials Science and Engineering*, **24**, 012005 (2011).
- 2) Y. Shinohara, R. Imai, H. Kishimoto, N. Yagi, and Y. Amemiya, *J. Synchrotron Rad.*, **17**, 737 (2010).



Figure 1. Speckle pattern of silicone resin filled with 10 wt% alumina particles.

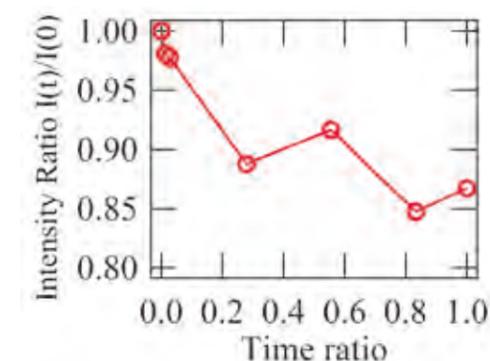


Figure 2. Scattering intensity ratio was shown as a function of x-ray radiation time ratio.

2014A7209、2014B7259

BL03XU

## ヘテロダイナミクスX線光子相関分光法を用いた延伸ゴム中の ナノ粒子ダイナミクス観察の検討

東京大学大学院新領域創成科学研究科<sup>1</sup>・住友ゴム工業(株)<sup>2</sup>  
篠原佑也<sup>1</sup>・山本奈央子<sup>1</sup>・雨宮慶幸<sup>1</sup>・増井友美<sup>2</sup>・岸本浩通<sup>2</sup>

### 1. 緒言

ゴムにカーボンブラックやシリカなどのナノ粒子を充填すると、粘弾性特性や力学物性が変化する補強効果を生じる。ナノ粒子充填ゴム材料をタイヤなどに実用化する上で、補強効果の機構の理解に基づいた材料設計の高度化が求められている。我々はこれまでに極小角X線散乱やX線光子相関分光法(X-ray Photon Correlation Spectroscopy: XPCS)を用いて、ナノ粒子がゴム中で形成する時空間階層構造について研究を実施してきた<sup>1),2)</sup>。XPCSではゴム中でのナノ粒子が示すダイナミクスに関する情報が得られるが、従来の情報では静的な状態の試料に測定対象が限られていた。近年、ヘテロダイナミクスXPCSを用いた延伸ゴムの測定例も報告されてきており<sup>3)</sup>、我々も2013年度よりSPring-8、BL03XUにおいてヘテロダイナミクスXPCSの検討を開始した。2013年度の実験から、BL03XUでもヘテロダイナミクスXPCSを用いることで一軸延伸下でのナノ粒子充填ゴムの応力緩和過程におけるダイナミクスを測定できることが確認されていたが、より定量的な測定の実現に向けた測定系の改良等の必要性が明らかとなっていた。そこで2014年度は前年度に課題となっていた測定系の安定化を図り、さらに延伸ゴム中のナノ粒子ダイナミクス観察を開始した。

### 2. 実験

実験はSPring-8、BL03XU、第2ハッチで実施した。20 μm径と50 μm径の2つのピンホールからなる光学系を用いて、コヒーレントX線を切り出した。試料直前に設置したグラッシーカーボンからの散乱X線を、試料からの散乱X線と干渉する参照波として用いた。グラッシーカーボンの固定方法を前年度の粘着テープでとめるものから、ネジで締め付けるより強固なものに変更した。シリカ充填スチレンブタジエンゴムを試料として用い、ダンベル状に切り出した試料を一軸延伸装置に設置した。試料から3 m程度後方にXPCS用の検出器<sup>4)</sup>を設置し、スペckル散乱像を時間分割測定した。X線の波長は1.54 Åとした。

### 3. 結果と考察

Figure 1にグラッシーカーボンの散乱像から求めた散乱強度の時間相関関数を示す。2013年度は10分程度で緩和が観察されていたのに対して、グラッシーカーボンの固定方法を改善したことで数時間のオーダーでグラッシーカーボンが揺らいでいないことが明らかとなった。また、これはピンホール光学系も安定していることを示しており、BL03XUで数時間オーダーのXPCS実験が可能であることを示している。その一方で、測定時に他の挿入光源BLのキッカー電磁石で電子軌道が揺らぐことにより、それに対応して散乱強

度が揺らぐことが確認された。散乱光強度の積分値から入射強度の揺らぎを補正することは可能であるが、今後、光源の電子軌道の安定性向上が望まれる。

Figure 2に、延伸率を20%とした際の1軸延伸ゴムの測定結果の例を示す。緩和時間 $\tau$ が散乱ベクトル $q$ に反比例したため、それらの積(粒子ダイナミクスの「速度」の逆数に対応)の方位角依存性を示した。ここで延伸方向を方位角の原点としている。試料条件により異なる方位角依存性が確認されたものの、定量的な議論に足るデータは得られなかった。今後、より大きな延伸率で実験を実施することで、ダイナミクスの方位角依存性をより明確に確認できることが期待される。

本研究の一部は文部科学省の光・量子融合連携研究プログラムによって援助されたものである。

### 【参考文献】

- 1) H. Kishimoto et al., *Rubber Chemistry & Technology*, **81**, 541-551 (2008).
- 2) Y. Shinohara et al., *Macromolecules*, **43**, 9480-9487 (2010).
- 3) F. Ehrburger-Dolle et al., *Macromolecules*, **45**, 8691-8701 (2012).
- 4) Y. Shinohara et al., *Journal of Synchrotron Radiation*, **17**, 737-742 (2010).

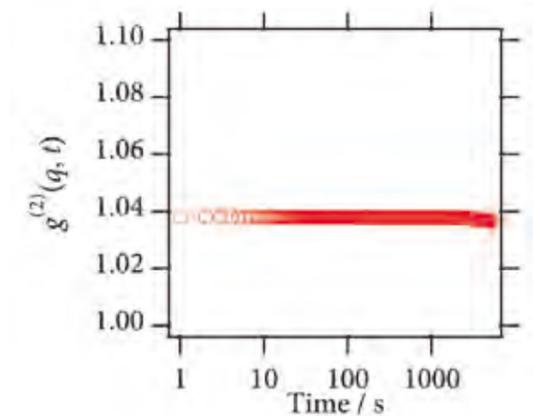


Figure 1. Intensity-intensity correlation function of glassy carbon at  $q = 0.03 \text{ nm}^{-1}$ .

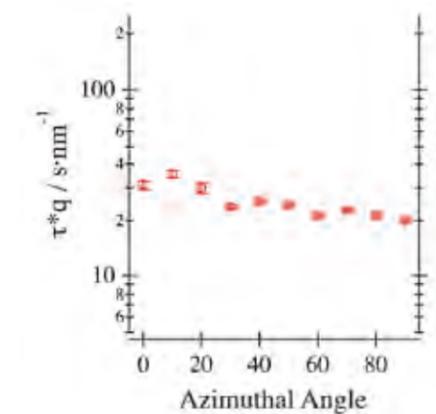


Figure 2. Dependence of the product of relaxation time  $\tau$  and scattering vector  $q$  on the azimuthal angle for uniaxially stretched rubber filled with silica.

2014A7210、2014B7260

BL03XU

## SAXS/WAXSによるフェノール樹脂硬化初期過程の ゲル化メカニズム解析

住友ベークライト(株)<sup>1</sup>・東京大学<sup>2</sup>  
和泉篤士<sup>1</sup>・中尾俊夫<sup>2</sup>・柴山充弘<sup>2</sup>

### 1. 緒言

1907年に人類が初めて発明したプラスチックであるフェノール樹脂は、フェノールがメチレンを介して三次元に架橋したネットワーク構造を有し、強度、弾性率、耐熱性、絶縁性などに優れた熱硬化性樹脂として現在も様々な産業分野で利用されている。前記物性の中でも特に強度や弾性率については、樹脂の架橋ネットワークの不均一性が影響を与えていると考えられているが、不均一性の実験的な解明が困難であるため、樹脂の架橋構造と機械特性の相関は未だ明らかとなっていない。我々は樹脂の更なる高性能化のために、不均一性の解明について検討を行った結果、ゲル化メカニズムの把握が特に重要であるという結論に至った。また、フェノールとホルムアルデヒドの重縮合反応系において、ゲル化初期の樹脂を溶媒膨潤させた状態でSAXS解析を行うことで不均一性が解析可能となることを見出し、熱硬化性樹脂のゲル化初期過程におけるX線散乱解析技術を確立した<sup>1),2)</sup>。今回、工業的な加熱圧縮成形プロセスにおいて広く用いられるノボラック樹脂(NV)とヘキサメチレンテトラミン硬化剤(HMTA)の反応系に関して、本解析手法の適用可能性を検証した。

### 2. 実験

NV/HMTAの1.0/0.12(wt/wt)ドライブレンド品を100℃、40kPaで5h加熱し、ミキサー粉砕することで得た粉末状の成形用材料(PR12)を、110、115、120、125、130℃の順に、各温度で40kPa、5hの圧縮成形および粉砕処理を繰り返した(Figure 1)。各温度で得た樹脂をメタノール(MeOH)洗浄し、MeOH不溶ゲルをMeOH浸漬状態で回収した。SAXS測定はSPRING-8、BL03XU、第2ハッチ〔試料検出器間距離(SDD)=3m、X線波長( $\lambda$ )=0.15nm、およびSDD=1m、 $\lambda$ =0.10nm〕、およびRigaku NANO-Viewer(SDD=8cm、 $\lambda$ =0.154nm)で実施し、密閉石英キャピラリー(Mark-Tube; 2mm $\phi$ )中、MeOH平衡膨潤状態におけるMeOH不溶ゲルの散乱関数を測定した。なお、SDD=3mでは全真空光学系での測定を実施した。

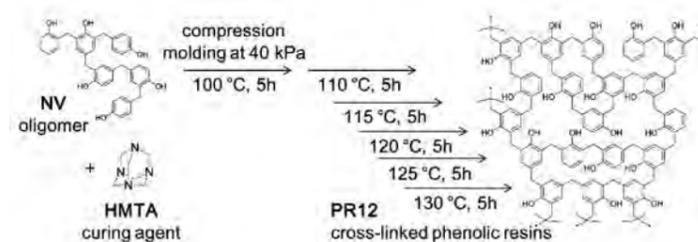


Figure 1. Preparation of PR12

### 3. 結果と考察

Figure 2に硬化反応進行に伴う散乱関数変化を示す。観測された散乱関数は、(i)ゲル微粒子表面の界面散乱、(ii)ゲル網目の架橋不均一性の特性長 $\Xi$ を表すローレンツ2乗型の散乱関数、(iii)ゲル網目の揺らぎの相関長 $\xi$ を表すOrnstein-Zernike型の散乱関数、(iv)アモルファスハロー(短距離相関)を示すガウス型の散乱関数、(v)溶媒散乱の5項の和と考え、次式を用いて解析した。

$$I(q) = A \cdot q^{-4} + \frac{I_{SL}(0)}{(1+q^2\xi^2)^2} + \frac{I_{OZ}(0)}{1+q^2\xi^2} + B \cdot \exp\left(-\frac{(q-q_0)^2}{2w^2}\right) + C \cdot I_{MeOH}(q)$$

フィッティングパラメータとして得られた $\Xi$ および $\xi$ の変化をFigure 3に示す。温度上昇に伴う硬化反応進行は、 $\xi$ 一定のまま $\Xi$ が減少するという傾向が確認された。これらの結果を与える構造変化の考察については今後の検証課題であるが、本検討により、ゲル化初期の樹脂を溶媒膨潤させてSAXS解析を行うという構造解析手法は、NV/HMTA硬化系においても有効であることが確認された。

一方、解析上の課題として、 $q = 10^{-1} \text{ nm}^{-1}$ 付近に観測される不均一性に由来する散乱(ii)が、ゲル微粒子界面からの強い散乱(i)に埋もれてしまうことが挙げられ、特に不均一性のサイズが $10^1 \text{ nm}$ オーダーとなった場合に解析が困難となる。すなわち、より精度の高い解析を行うためには、(i)の影響を低減する必要がある。今後、測定試料調整法についても検討を進め、フェノール樹脂硬化過程の評価技術確立を目指す。

### 謝辞

本検討は、FSBL熱硬化研究分科会において、旭化成、デンソー、住友ベークライト各グループ所属の産学メンバーの助言のもと研究を行った。

### 【参考文献】

- 1) A. Izumi et al., *Soft Matter*, **9**, 4188–4197 (2013).
- 2) A. Izumi et al., *Polymer*, **59**, 226–233 (2015).

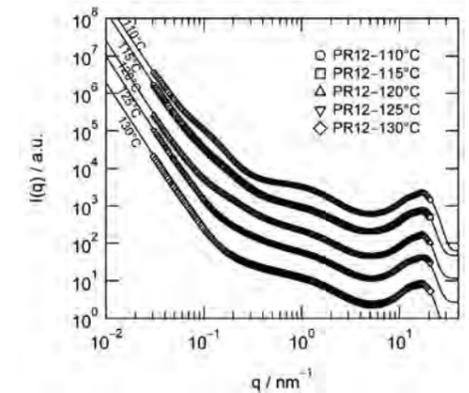


Figure 2. SAXS curves of PR12 in fully-methanol swollen state. Solid lines are the fitting results.

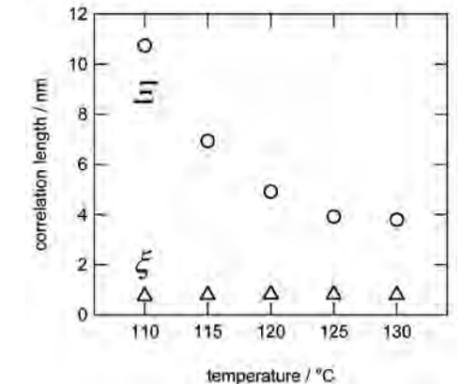


Figure 3. Change in the fitting parameters with temperature.

2014A7211、2014B7261

BL03XU

## 自動車用樹脂材料の構造解析と物性発現機構の解明 －エポキシ樹脂の構造・物性におよぼす硬化条件の影響－

(株)デンソー<sup>1</sup>・九州大学<sup>2</sup>岡本泰志<sup>1</sup>・青木孝司<sup>1</sup>・杉浦昭夫<sup>1</sup>・高原淳<sup>2</sup>

### 1. 緒言

本研究は接着・注型材料として自動車用途で使用されるエポキシ樹脂の構造解析を行ない、物性との相関を明らかにすることを目的とする。エポキシ樹脂は主剤と硬化剤からなり、主剤や硬化剤の種類や配合を変化することによって強度や物性を変えることが可能である。また、主剤・硬化剤の組み合わせは同じでも低温から高温への多段硬化では架橋が均一になり、高温一段硬化では架橋に粗密が生じ、生成する硬化物のT<sub>g</sub>は多段硬化の方が一段硬化よりも約60℃高くなることを報告している<sup>1)</sup>。これは硬化初期の反応挙動が温度によって異なるためと考えているが詳細は不明である。今回は硬化温度を変化した際の硬化初期(ゲル化点前)の触媒硬化エポキシ樹脂の構造変化を検討した。

### 2. 実験

エポキシ樹脂は、主剤のビスフェノール A ジグリシジルエーテル BADGE (三菱化学社製 jER828) と触媒の 1 - シアノエチル - 2 - ウンデシルイミダゾール (四国化成社製 C11Z-CN) を重量比 100/3 で混合し、Figure 1 に示す条件で硬化した。ここで 100℃ 硬化は緒言で述べた多段硬化の低温硬化領域を、また 150℃ 硬化は高温一段硬化を模擬したものである。レオメータ測定により弾性率が立ち上がる点をゲル化点とみなしてゲル化点近傍までの 5 点の硬化時間で硬化し、加熱前と合わせて 6 点のサンプルを調製した。室温まで冷却した後メチルエチルケトン MEK を添加して SAXS 測定に供した。

SAXS 測定は SPring-8、BL03XU、第 2 ハッチにて、X 線波長 0.15 nm、カメラ長 4 m の条件で行ない、検出器にはイメージングプレートを用いた。

### 3. 結果と考察

得られた SAXS パターンを Figure 2 に示す。各散乱パターンに対して、 $q=0.1-1.0 \text{ nm}^{-1}$  の範囲の、上に凸部分で Ornstein - Zernike (OZ) 式によるフィッティングを行い散乱長  $\xi$  を求めた<sup>2)</sup>。Figure 3 は、100℃ と 150℃ における各硬化時間における相関長  $\xi$  をプロットしたものである。

両温度共に反応に従い  $\xi$  は増加した後減少し、増加の程度は 100℃ で顕著であった。 $\xi$  が網目サイズを反映していると考え、100℃ ではまず大きい網目を持つ分子が生成して時間と共に網目内部の架橋が進み、150℃ では小さな網目の分子が生成してこれが凝集、結合して分子が成長することが示唆された。

硬化初期に  $\xi$  が増加した後減少し、低温硬化の方が増加が大きくなる現象は、ジアミ

ン硬化系でも同様の傾向を示すことを確認している<sup>3)</sup>。

このことから、エポキシ樹脂の硬化過程において、大きな網目分子ができてから内部の架橋が進むと架橋は均一になりやすく、小さな網目分子が凝集、結合すると不均一になりやすいことが推定された。

今後は他の硬化系(酸無水物系等)で確認を行なう予定である。

### 謝辞

本研究は、FSBL 熱硬化研究分科会において旭化成株式会社グループ、住友ベークライト株式会社グループ、デンソーグループの産学メンバーの助言のもとで検討を行なった成果である。

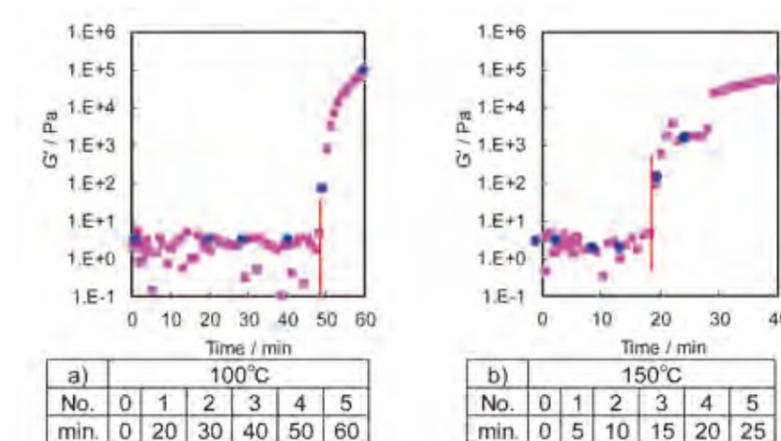


Figure 1. Change of the elasticity modulus and curing time of epoxy resins cured at (a) 100 °C and (b) 150 °C.

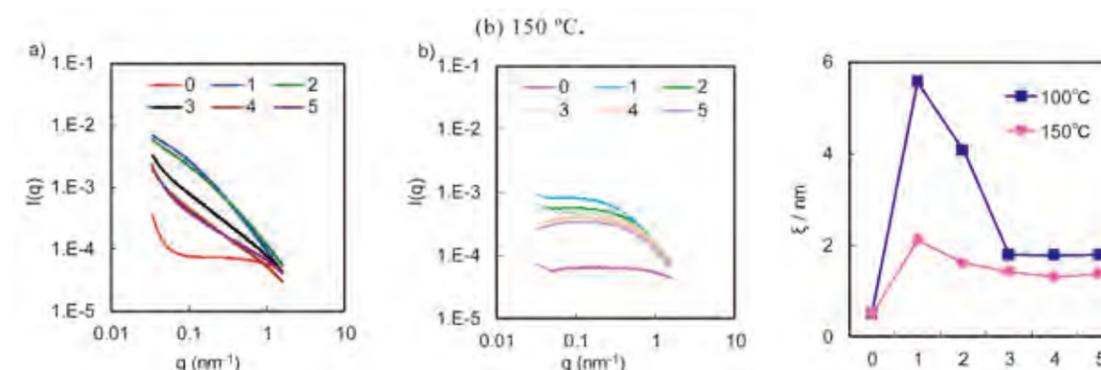


Figure 2. The SAXS profiles for the solutions of the epoxy resins cured at (a) 100 °C and (b) 150 °C

Figure 3. Change of the correlation length in the cure period at 100 °C and 150 °C

### 【参考文献】

- 1) 岡本泰志, 青木孝司, 高原淳, 2012年度FSBL成果報告集, 35-36.
- 2) M. Shibayama, *Kobunshi Ronbunshu*, **63**, 345-359 (2006).
- 3) 岡本泰志, 青木孝司, 杉浦昭夫, 高原淳, 2013年度FSBL成果報告集, 37-38.

2014B7261

BL03XU

## 側鎖型ポリヘドラルオリゴメリックシルセスキオキサン(POSS)含有 ポリアミド薄膜の分子鎖凝集構造評価

九州大学<sup>1</sup>・(株)デンソー<sup>2</sup>平井智康<sup>1</sup>・永江勇介<sup>1</sup>・岡本泰志<sup>2</sup>・青木孝司<sup>2</sup>・杉浦昭夫<sup>2</sup>・高原淳<sup>1</sup>

### 1. 緒言

ポリヘドラルオリゴメリックシルセスキオキサン(POSS)を導入した有機-無機ハイブリッドポリマーは優れた熱的、機械的性質を始めとする特異な機能を示すため、様々な材料の基幹部位への応用が期待されている。しかしながら、芳香族骨格から成るPOSSを含有する高分子の創製を可能にする重縮合法に基づき調製した高分子は一次構造の明確な制御が達成されておらず、POSSの凝集構造が形成する階層的秩序構造に関する知見は得られていない。本研究では、連鎖重縮合法に基づき、一次構造を明確に制御した新規芳香族POSS-polyamideの合成を行い、POSSの凝集構造が芳香族ポリアミドの分子鎖凝集構造に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

### 2. 実験

POSSを含有する4-アミノ安息香酸誘導体を3段階の合成過程より調製し、連鎖重縮合法に基づき重合することで目的とするPOSS-polyamideを得た。ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)に基づく評価より、得られたPOSS-polyamideの分子量( $M_n$ )および分子量分布(PDI)はそれぞれ12,800、1.17であった。POSS-polyamideのバルク中での秩序構造を粉末広角X線回折(WAXD)(SPRing-8, BL02B2)および小角X線散乱(SAXS)測定(SPring-8, BL40B2)に基づき評価した。粉末WAXD測定は検出器としてイメージングプレート(IP)を装備した大型デバイセラーカメラを用い、X線入射波長 $\lambda$ は0.1 nmとした。SAXS測定はX線源としてCuK $\alpha$ 線を用い、検出器としてCCDカメラ(カメラ長1088 mm)を用いた。スピンキャスト法に基づきPOSS-polyamideの薄膜試料の調製を行った。膜内部の分子鎖凝集構造を微小角入射X線回折(GIXD)測定(SPring-8, BL03XU)に基づき評価した。入射X線波長 $\lambda$ は0.1 nmとした。散乱ベクトルを $q = 4\pi\sin\theta/\lambda$ と定義した。

### 3. 結果と考察

得られた高分子の高次構造解析を行うために、SAXSおよびWAXD測定に基づく評価を行った。Fig.1a)およびb)に熱処理前後の試料より得られたSAXSおよびWAXDの二次元ラインプロファイルを示す。未熱処理試料のSAXS測定より、 $q = 1.1 \text{ nm}^{-1}$ 近傍に散乱ピークが観測された。この結果は、高分子膜内部に6 nm程度の微細周期構造が形成されていることを意味している。一方、熱処理を施した試料からはこの散乱は完全に消失し、新たに $q = 2.0 \text{ nm}^{-1}$ 付近に裾の広がった散乱ピークが観測された。これらの結果から、熱処理前後において膜内部では異なる周期からなる構造が形成されていることは明らかである。一方、

WAXD測定より高分子側鎖のPOSSの隣接間距離に対応する回折ピークが $q = 6.3 \text{ nm}^{-1}$ 付近に観測された。Figure 2にPOSS-polyamide膜中に形成される分子鎖凝集構造の模式図を示す。先行研究より、高含有POSSを含有する高分子はその立体障害を緩和するために、螺旋構造を形成することが報告されている。先行研究およびSAXS、WAXD測定より得られた結果に基づき、POSS-polyamideは螺旋構造を形成し、直径約3 nm程度の棒状構造が秩序正しく配列し、斜方晶を形成していると仮定することで、SAXSおよびWAXD測定より得られた散乱および回折像を矛盾なく説明できる。一方、熱処理膜より観測される $q = 2.0 \text{ nm}^{-1}$ の回折は螺旋構造が形成する棒状構造を密に配列した際の重心間距離とよく一致する[Figure 2(b)]。これらの結果は、螺旋構造の形成に伴い配列した斜方晶は熱力学的には擬平衡状態で凍結されており、熱処理を施すことで、隣接する高分子のPOSS同士の凝集が支配的となり、棒状構造が隣接した構造を形成することを示唆している。

薄膜中でのPOSS-polyamideの分子鎖凝集構造を評価するためにGIXDに基づく評価を行った(Figure 3)。熱処理前後の試料より、 $q = 6.3 \text{ nm}^{-1}$ 近傍に回折ピークが観測された。バルク試料より得られた結果を考慮すると薄膜中にはPOSS同士が凝集した螺旋状構造が形成されていることが示唆される。

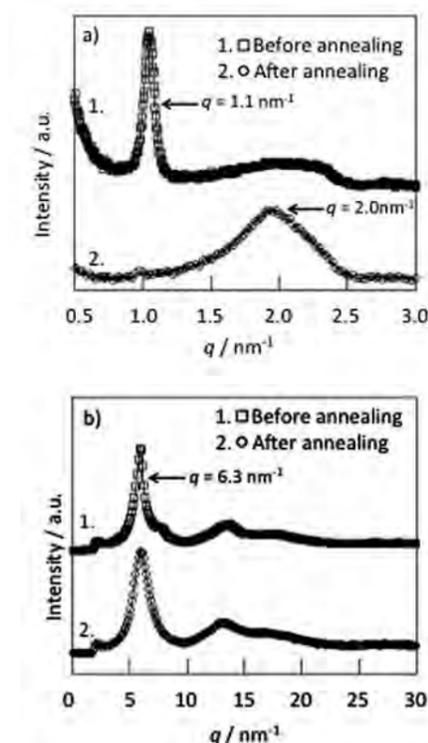


Figure 1. a) SAXS and b) WAXD line profiles for POSS-polyamide.

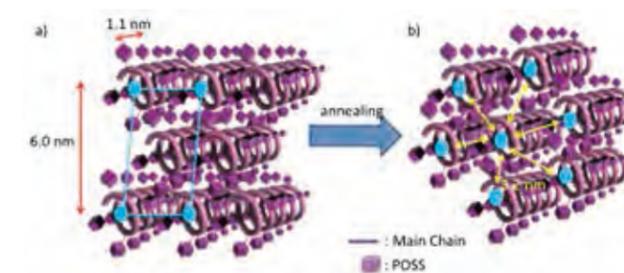


Figure 2. Schematic illustration of a) before and b) after annealed structure.

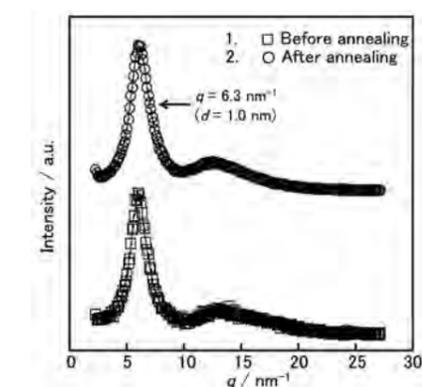


Figure 3. GIXD profiles of POSS-polyamide.

2014A7212、2014B7262

BL03XU

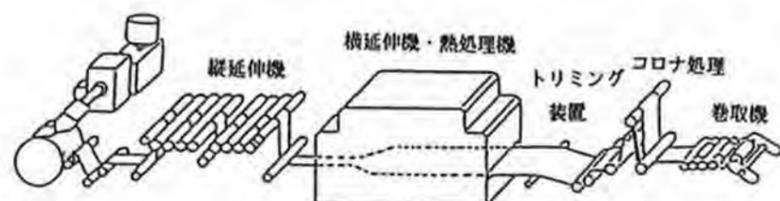
## ポリプロピレンフィルムの延伸過程の構造変化に関する研究

東洋紡(株)<sup>1</sup>・山口大学<sup>2</sup>今井徹<sup>1,2</sup>・船城健一<sup>1</sup>・野崎浩二<sup>2</sup>

### 1. 緒言

ポリプロピレン(PP)およびその共重合体からなる化成品は、様々な産業分野で活用されている。その中で当社でも事業化しているフィルム製品は、全PP製品生産量の約20%を占める一大市場となっており<sup>1)</sup>、生活、産業活動に欠かすことが出来ないものとなっている。

PPフィルムの製造方法は多様であるが、溶融したPP樹脂をシート状に押し出し、冷却ロール上で固化させた後、延伸機といわれる装置で、加熱しながら任意の方向へ延伸する方法が多く採用されている。

Figure 1. Process flow of biaxially-oriented polypropylene film<sup>2)</sup>

一般的にPPフィルムの製造では、延伸工程によって、無配向状態の分子鎖を一定の方向に引き伸ばすことで平行に配列させ、延伸方向の弾性率や強度を向上させている。そのため得られるフィルム物性は加工条件によって大きく影響を受けることが知られており、延伸による高次構造の変化の把握が非常に重要なことを示唆している。本研究では、PP系樹脂の加熱延伸による構造変化について、オンライン観察し、そのメカニズム解析を実施した。

### 2. 実験

逐次または同時二軸延伸可能な放射光実験用延伸装置をSPring-8、BL03XU、第2ハッチの架台レール上に設置して広角小角同時測定を行った(Figure 2)。X線波長は0.1 nmとし、ビームライン備え付けのフラットパネル(FPD)、イメージインテンシファイア付CCDを広角、小角の検出器として用いた。この装置では延伸速度は0.1 mm/sec~10 mm/sec、雰囲気温度を室温~300℃まで変化させることが可能であり延伸応力測定可能である。試料はポリプロピレン-エチレンランダムコポリマーを用い、ヒートプレスによって厚さ約2 mmのシート状の



Figure 2. Pictures of biaxial stretching machine set on the BL03XU beamline.

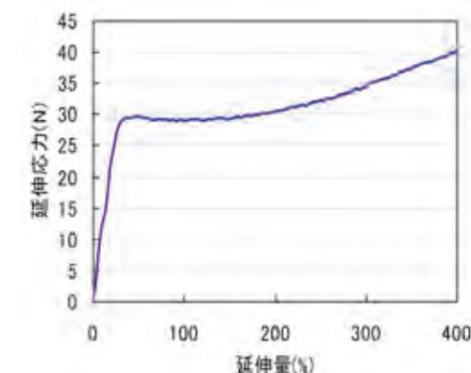
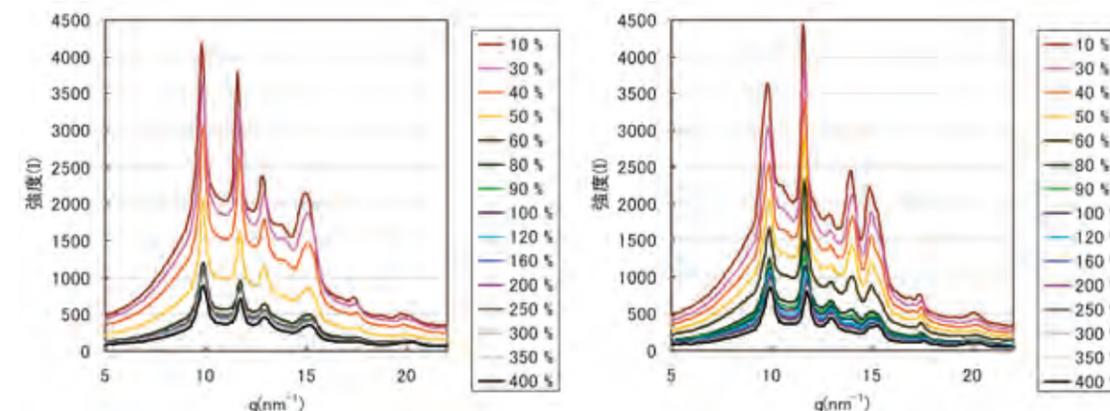
初期試料を作製した。ヒートプレスの溶融温度は実温で180℃とし、圧力は200MPaとした。その後サンプルの冷却条件を調整し、 $\alpha$ 結晶及び $\gamma$ 結晶シートを作製した。冷却速度は、 $\alpha$ 結晶シートは毎秒4℃以上の急冷、 $\gamma$ 結晶シートは0.1℃以下の徐冷とした。その後初期試料を30℃から120℃の各温度範囲に設定した加熱炉内で400%まで一軸延伸した。

### 3. 結果と考察

初期試料の加熱延伸により得られた応力ひずみ曲線(S-Sカーブ)の一例をFigure 3に示す。すべての試料において、PPシートの延伸で得られる一般的なSSカーブが得られた。次に各延伸倍率における、2次元像から円環平均により得られたプロファイルをFigure 4に示す。

$\alpha$ 結晶シートは $\alpha$ 晶を保持していたが、 $\gamma$ 結晶シートは100%以上の延伸で $\alpha$ 晶への転移が確認された。

加熱温度による転移への影響も確認されており、今後も加熱延伸工程による高次構造変化の評価手段確立を検討する。

Figure 3. Typical S-S curve of PP  
Temperature : 120℃  
Drawing speed : 0.5mm/s.Figure 4. WAXD profiles obtained from 2D patterns. At stretched from 10% to 400%  
a)  $\alpha$  phase sample, b)  $\gamma$  phase sample.

### 【参考文献】

- 1) 石油化学協会HP : <http://www.jpca.or.jp/>
- 2) プラスチック工業会HP

2014A7212、2014B7262

BL03XU

## ポリプロピレン薄膜の結晶化挙動に関する研究

東洋紡(株)<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>船城健一<sup>1</sup>・竹中幹人<sup>2</sup>

### 1. 緒言

高分子材料などをはじめとした様々な材料によって基板をコーティングすることによって、基板のみでは使用できない、様々な用途への展開を図ることが可能である。このコーティングの材料の最適化を図るためには、コーティング剤の基板上における構造解析が不可欠である。特に、その表面構造や基材とコーティング剤の界面構造の解明は、コーティングされた基板の性能を向上させるためには必要不可欠な課題である。このためには、高い位置分解能を持った構造解析法が必要である。これを達成するために、この研究においては、マイクロビームSAXS、WAXS法を用いた。マイクロビーム法においては、通常の散乱法においてはそのビーム径が1 mm~100  $\mu\text{m}$ 程度であるのに対し、スリットやミラーなどで絞ることにより、10ミクロン程度のビームサイズで位置分解能を上げており、マイクロビーム法により散乱の位置依存性を調べることにより、表面・界面における構造を明らかにすることができる。本報告では、結晶度の異なるポリプロピレン(PP)をコーティングしたステンレス基板を用いて、その結晶構造の深さ依存性がどのようになるかをマイクロビームSAXS、WAXS法により調べた結果について報告する。

### 2. 実験

マイクロビーム SAXS、WAXS 法によりをコーティングしている PP の結晶度と配向の深さ依存性の測定を行った。Figure 1 に、実験の概略図を示す。PP コート・ステンレス基板を上下微動可能なステージに置き、マイクロビームをエッジ方向から導入する。ステージを基板-PP 界面から PP-空気界面まで 5  $\mu\text{m}$  ずつ動かすことによって、SAXS、WAXS の深さ方向依存性を測定することができる。実験は、SPring-8、BL03XU、第 2 ハッチで行った。使用した X 線の波長は 0.1 nm、ビームサイズは半値幅は 10  $\mu\text{m}$  であり、ディテクターとして浜松ホトニクス製のフラットパネルおよび CCD+II デテクターを用いた。測定時間は 10 秒であった。試料は結晶化度の異なるポリプロピレ

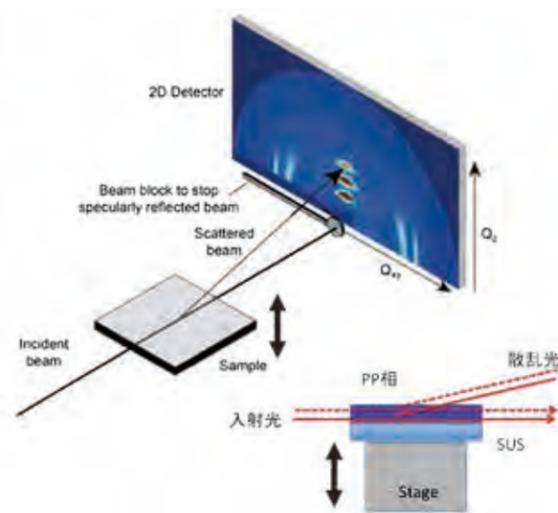


Figure 1. Schematic diagram of SAXS and WAXS setup

ンをステンレス基板にコーティングしたものを用いた。コーティングの厚みは 100  $\mu\text{m}$  であった。

### 3. 結果と考察

Figure 2 に結晶化度の高いポリプロピレンをコーティングしたものの WAXS (part a) と SAXS (Part b) の深さ依存性を、Figure 3 に結晶化度の低いポリプロピレンをコーティングしたものの WAXS (part a) と SAXS (part b) の深さ依存性をそれぞれ示す。WAXS の結果を見ると、結晶化度の高いものほど表面で配向が進んでいることがわかる。それに対して結晶化度の低いものは表面においても配向が進んでいないことが見出された。これに対して、SAXS においては配向がどちらの試料にも強い配向が観測されておらず、その違いについては現在検討中である。

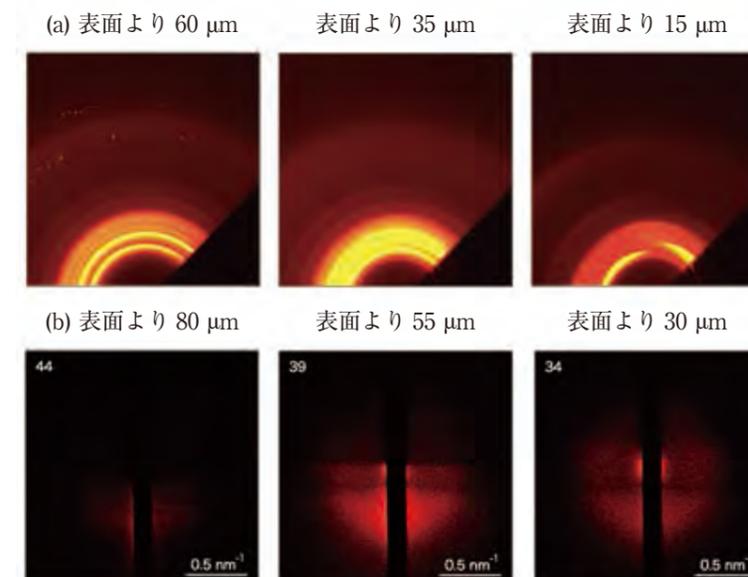


Figure 2. Depth dependence of WAXS(a) and SAXS(b) for high crystallinity PP.

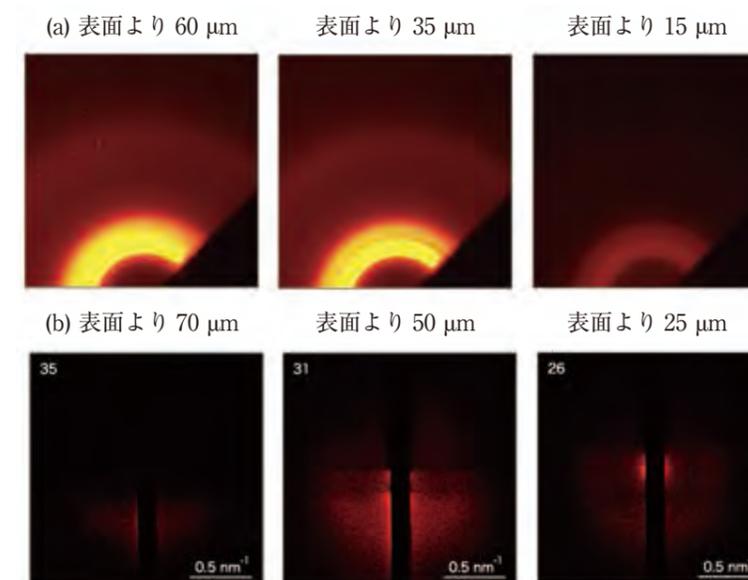


Figure 3. Depth dependence of WAXS(a) and SAXS(b) for low crystallinity PP.

2014B7263

BL03XU

## ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムの熱処理過程における構造形成の解析

(株)東レリサーチセンター<sup>1</sup>・東レ(株)<sup>2</sup>・京大化研<sup>3</sup>・信州大繊維<sup>4</sup>  
中田克<sup>1</sup>・岡田一幸<sup>1</sup>・東大路卓司<sup>2</sup>・高橋健太<sup>2</sup>・金谷利治<sup>3</sup>・大越豊<sup>4</sup>

### 1. 緒言

高分子のナノスケールの高次構造制御技術は、高分子の熱的、あるいは力学的な特性を飛躍的に向上させる技術として研究され、さまざまな分野に応用されている。

ポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムの製造工程において、延伸や熱処理工程を工夫することにより、結晶サイズや量、非晶・長周期構造などのナノ構造制御の技術開発が盛んに行われている。

我々はこれまで延伸過程における構造形成挙動について調べた<sup>1)</sup>。本研究では、二軸延伸PETフィルムの加熱下SAXS/WAXDその場測定を行い、フィルム製造の熱処理工程における構造形成について解析した。

### 2. 実験

測定は、逐次2軸延伸されたPETフィルム試料を用いた。すなわち、熔融キャストした後、加熱ロールを用いて連続的に90℃で機械軸方向に3.2倍延伸し、次いで95℃で幅方向に約3.1倍延伸した。測定中の熱収縮を抑えるために、フィルム試料はホットステージにOリングで固定した。熱処理は、60℃/minで約200℃まで加熱した後、5min保持し、90℃/minで冷却した。実測された温度プロファイルをFigure 1に示す。

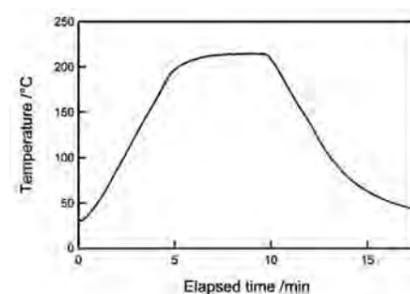


Figure 1. Temperature profile of *in situ* SAXS/WAXD measurement.

SPring-8、BL03XU、第2ハッチにてX線波長0.08 nm、積算時間6 sec/shotで高温その場SAXS/WAXD同時測定を行った。X線はフィルム面に対して垂直に入射して(Through)測定した。カメラ長はSAXSが約1800 mm、WAXDが約100 mmであった。

### 3. 結果と考察

Figure 2に、幅方向に散乱強度を切り出したWAXDプロファイルおよびSAXSプロファイルを示す。熱処理前のSAXSプロファイルには、明確な散乱は観測されず、WAXDプロファイルにはブロードな(011)回折のみが観測された<sup>1),2)</sup>。すなわち、微結晶は存在するもののサイズは小さく、無秩序に配置していると推測される。昇温開始後、90℃(2.0 min)付近でSAXSプロファイルに長周期ピークが出現した(Figure 2a)。さらに温度が上昇すると、ピーク位置は低角度側にシフトし、強度は増大した。一方WAXDでも、90℃付近から(011)

回折が先鋭化した。つまり、昇温過程で結晶サイズが増大するとともに、長周期構造が形成されたと考える。200℃での温度保持過程(Figure 2b)でも、SAXSプロファイルの長周期ピークは低角度側にシフトしつつ強度が増加する一方、WAXDプロファイルには有意な変化は観測されなかった。したがって、この過程では主に長周期構造の秩序性が向上したと考える。

降温過程では、SAXSプロファイルの長周期ピークが、まず高角度側にシフトするとともに強度が急激に減衰した。またWAXDプロファイルでは、(011)回折の幅がわずかに拡大し、強度増大が確認された。これから、降温にともない結晶の配向状態が変化した、あるいは微結晶が生成したと考える。長周期ピークの強度変化については熱膨張による結晶と非晶の密度コントラストの変化も寄与していると考えられる。

熱処理前後のPETフィルムの構造を比較すると、熱処理工程で結晶の肥大化と長周期構造の秩序化が起こったと言える。高温保持時で結晶サイズが変化しないにも関わらず、長周期が長くなっていることから、非晶が大きく熱膨張していると考えられ、この過程で長周期構造の秩序化が行われていると推察される。

実際の製造工程では、今回の実験に比べて数十分の一の時間で熱処理が行われているが、昇温・保持・冷却の各過程で起こる構造変化を外挿することで予測可能であり、PETフィルムの高性能化への貢献が期待できる。

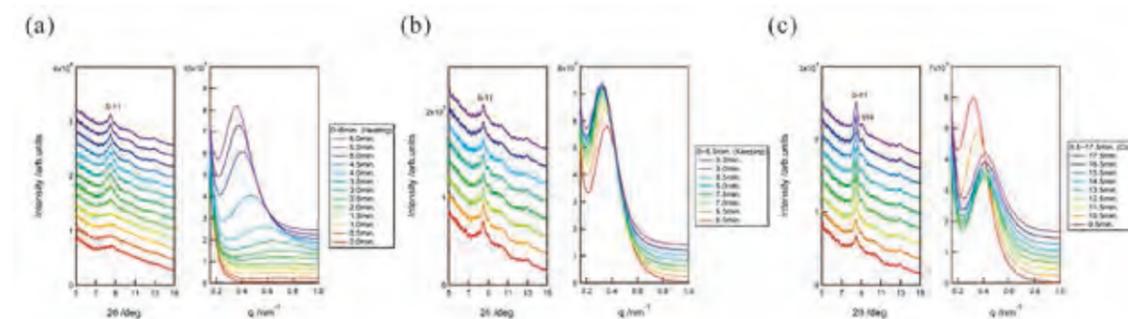


Figure 2. WAXD and SAXS profiles during heat-treating process. (a) Heating, (b) keeping at 200°C, (c) cooling processes.

### 【参考文献】

- 1) 岡田一幸 他, 2012年度FSBL成果報告集, 45.
- 2) T. Asano and T. Seto, *Polym. J.*, **5**, 72 (1973).

2014B7263

BL03XU

## PP繊維およびPPS繊維の紡糸速度が 繊維構造形成におよぼす影響

信州大学<sup>1</sup>・(株)東レリサーチセンター<sup>2</sup>・東レ(株)<sup>3</sup>・京都大学<sup>4</sup>・JASRI<sup>5</sup>  
大越豊<sup>1</sup>・小池直輝<sup>1</sup>・駒村高大<sup>1</sup>・伊香賀敏文<sup>1</sup>・金慶孝<sup>1</sup>  
中田克<sup>2</sup>・岡田一幸<sup>2</sup>・勝田大士<sup>3</sup>・船津義嗣<sup>3</sup>・金谷利治<sup>4</sup>・増永啓康<sup>5</sup>

### 1. 緒言

合成繊維は、一般に熔融紡糸・延伸・熱処理の工程を経て繊維化される。このうち延伸工程で起こる配向結晶化によって最終的な繊維物性が決まるが、最大延伸倍率は紡糸条件で決まるため、到達強度等も紡糸条件の影響を受ける。我々は、これまでにポリエチレンテレフタレート(PET)繊維のレーザー延伸を対象にした繊維構造形成について研究し<sup>1)</sup>、さらにFSBLを利用することで時間分解能、経過時間精度、S/N比、および再現性が大幅に向上し、紡糸条件の影響を評価することに成功した。本研究では、この手法を既にBL40B2で解析実績のあるポリプロピレン(PP)<sup>2)</sup>およびポリフェニレンスルファイド(PPS)<sup>3)</sup>繊維に適用し、熔融紡糸速度が繊維構造形成におよぼす影響について調査した。

### 2. 実験

本研究にはMFR30のPPペレットおよびMFR120のPPSペレットを熔融紡糸して得た繊維を用いた。延伸応力は、いずれも安定して延伸できる最大に近い値、すなわちPPでは約97 MPa、PPSでは約150 MPaに統一したが、いずれも紡糸速度が増すほど得られた繊維の強度および複屈折が低下し、PPS繊維では熱収縮応力が増加した。走行中の繊維に高輝度放射光を照射することによって、ネック延伸から任意の時間経過後のWAXD/SAXS像を同時に撮像した。

### 3. 結果と考察

Figure 1とFigure 2にPP、Figure 3とFigure 4にPPSについて測定したWAXD/SAXS像を示す。PPでは、ネック変形後0.5 msほどで配向の低い結晶による回折が消失した後、高配向の結晶による回折が出現した。すなわちネック延伸後、まず紡糸時にできた低配向結晶が消滅した後、配向した結晶が再構成されるようだ。ただし、高速で紡糸した繊維ほど、低配向結晶の消滅と高配向結晶の形成が速い反面、延伸後の繊維に観察される結晶の配向度は低くなった。この結果は、高速度紡糸後に延伸した場合に再構成される構造が、低速紡糸後に再構成される構造よりも不均一であることを示唆している。

一方のPPSでは、いずれもネック変形後0.1 ms程度で配向した結晶が形成された。ただし、紡糸速度の遅い試料ではネック変形後0.4 msからSAXS像に4点像が観察され、最終的に形成される4点像もより強く明瞭であった。以上のことは、PP同様、高速で紡糸した繊維ほど延伸時に形成される長周期構造が不均一であることを示唆している。

以上の実験からわかる様に、PP、PPS共、ほぼ同じ応力で延伸したにも関わらず、高速紡糸した繊維ほど延伸時に形成される構造が不均一になる。この結果は、延伸後の繊維物性、すなわち紡糸速度が速いほど強度・複屈折が小さくなることと良く対応している。

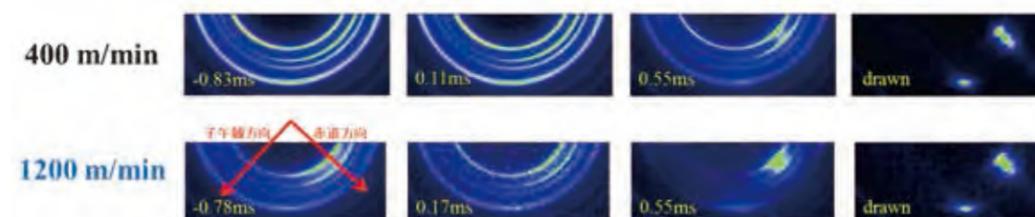


Figure 1. Wide-angle X-ray patterns for each elapsed time after necking

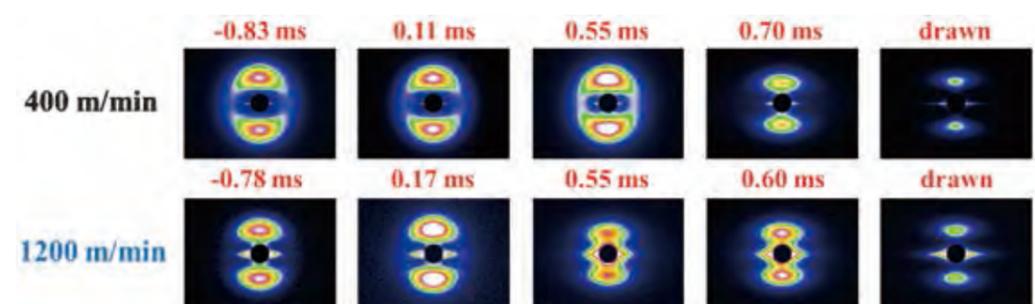


Figure 2. Small-angle X-ray patterns for each elapsed time after necking

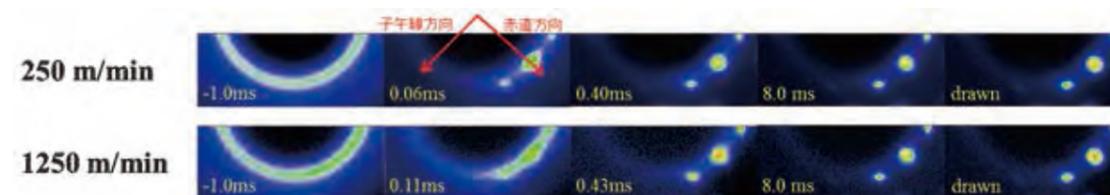


Figure 3. Wide-angle X-ray patterns for each elapsed time after necking of PPS.

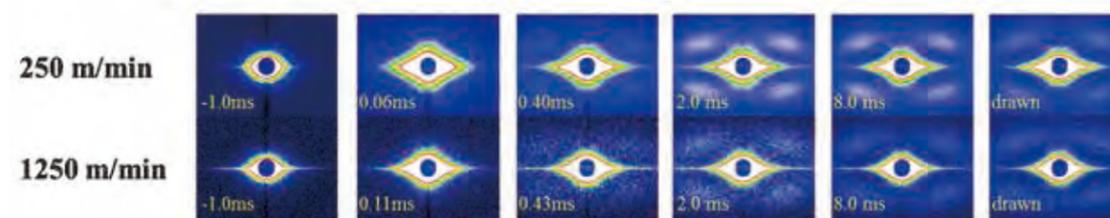


Figure 4. Small-angle X-ray patterns for each elapsed time after necking of PPS.

### 【参考文献】

- 1) T. Yamaguchi, K. H. Kim, T. Murata, M. Koide, S. Hitoosa, H. Urakawa, Y. Ohkoshi, Y. Gotoh, M. Nagura, M. Kotera, K. Kajiwara, *Journal of Polymer Science, Polymer Physics*, **46**, 2126 (2008).
- 2) Y A Kang, K H Kim, Ikehata S, Ohkoshi Y, Gotoh Y, Nagura M, Urakawa H, *Polymer*, **52**, 2044 (2011).
- 3) K. Ide, T. Ikaga, Y. Ohkoshi, I. Wataoka, M. Masuda, Y. Maeda, *Sen'i Gakkaishi*, **70**, 76 (2014).

2014A7214、2014B7264

BL03XU

## ポリフッ化ビニリデン塗工膜の膜構造形成過程のその場観察

日東電工(株)<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>・名古屋工業大学<sup>3</sup>  
下北啓輔<sup>1</sup>・宮崎司<sup>1</sup>・小川紘樹<sup>2</sup>・山本勝宏<sup>3</sup>

### 1. 緒言

高分子フィルムは包装材料、磁気材料、光学材料などとして各種産業分野で広く使われている。その製造プロセスも多岐にわたる。高分子フィルムの機能を最大化するためには、材料の構造を精密に評価し制御する必要がある。特に高分子は製造プロセス中で時々刻々と構造を変化させることで、機能が付与されるので、プロセス中での構造のその場観察が必須である。

そこで我々はBL03XUの第1ハッチにおいて、斜入射X線散乱法を使った高分子フィルム形成過程の種々のその場観察環境を構築してきた<sup>1)~3)</sup>。本報ではポリフッ化ビニリデン(PVDF)塗工膜の形成過程を最近開発した自動塗工機を使ってその場観察した結果を報告する。

### 2. 実験

PVDF(クレハ製 KF ポリマー；分子量約 25 万)をジメチルアセトアミド(DMAc)に 30℃で溶解させ、ポリマー濃度 5.5 vol%と 1.1 vol%の溶液を調製した。SPring-8、BL03XU、第1ハッチに設置した我々が開発した自動塗工機<sup>2)</sup>を用いてポリマー溶液を Si 基板上に塗工し、50℃で乾燥させ、乾燥過程での塗膜の内部構造変化を斜入射小角 X 線散乱(GISAXS)/広角 X 線回折(GIWAXD)同時測定で観察した。GISAXS 用には II+CCD 検出器を、GIWAXD 用には FlatPanel 検出器をそれぞれ用いた。使用した X 線の波長は 0.1 nm

であった。乾燥過程での塗工膜のポリマー濃度(体積分率)は、光干渉式膜厚計で溶媒蒸発による塗膜の形成過程の膜厚変化を追跡して求めた<sup>2)</sup>。膜厚が異なる 2 種の塗膜を形成させた。μm オーダーの比較的厚い塗膜の塗工にはドクターブレード(クリアランス；50μm)を、厚さ 100 nm 以下の塗膜の塗工にはワイヤバーを用いた。

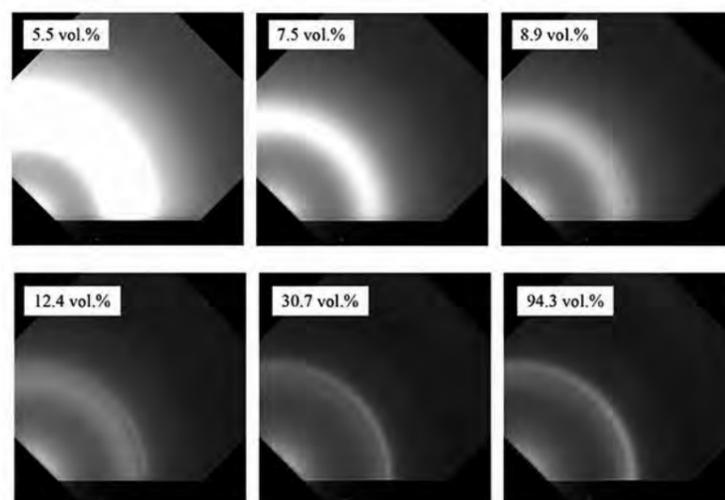


Figure 1. Selected 2D GIWAXD patterns obtained during film coating of 5.5 vol% PVDF solution.

### 3. 結果と考察

Figure 1は5.5 vol%溶液を用いドクターブレードによる塗工直後からの構造変化をGIWAXDで観察した例である。図にはいくつかの乾燥段階での塗工膜からの2次元回折像を示している。塗工直後は非常に強い非晶性の散乱が観察された。これは溶媒の散乱である。乾燥が進んでポリマー濃度が上がっていくにつれ、溶媒の散乱が小さくなるとともに結晶性の回折がみえてくるのがわかる。Figure 2にはこの2次元回折像を一次元プロファイルにしたものを示す。図には塗工直後からの経過時間も示している。136 sまでの塗工初期過程で結晶化が開始している。結晶化は約7 vol%のポリマー濃度で始まっている。しかしながらこの結晶化が始まるポリマー濃度はポリマーの溶解温度により大きく変化することがわかっている。例えば溶解温度を30℃から70℃にすると、結晶化はずっと遅くなってポリマー濃度が10 vol%近くまで上がらないと結晶化は始まらない。これは低い溶解温度ではDMAcへの溶解時に微結晶が残存していてそれが結晶核となり結晶化のキネティクスに影響しているためと考えている。また膜厚を小さくすると、基板との界面でおこる初期核生成により結晶化が非常に早くなるという挙動もみえており、今後さらに詳細に調べていく。

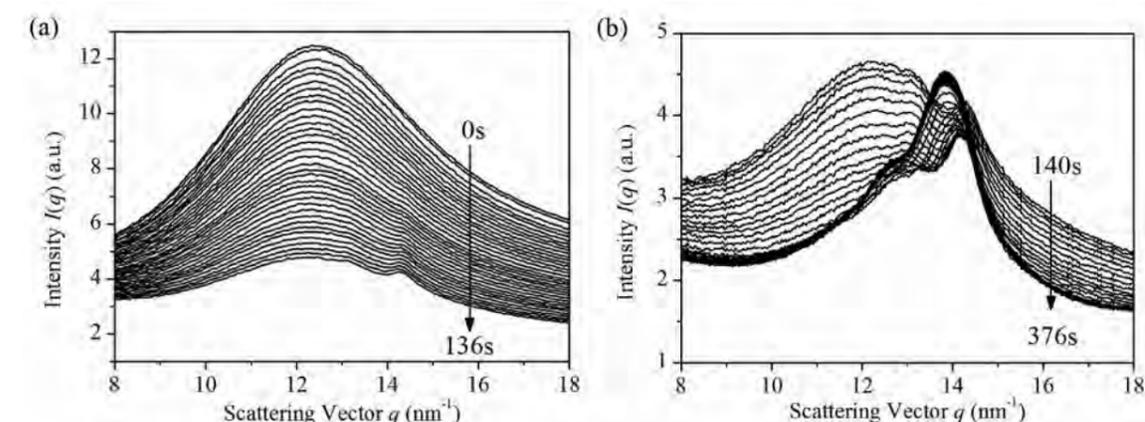


Figure 2. (a), (b) 1D diffraction profiles converted from the 2D GIWAXD patterns in the early stage (a) and the late stage of crystallization (b) during film coating of 5.5 vol% PVDF solution.

### 【参考文献】

- 1) 宮崎司,「産業応用を目指した無機・有機新材料創製のための構造解析技術」,第1章X線回折 3. 斜入射X線散乱による構造解析,シーエムシー出版(2015).
- 2) K. Shimokita, T. Miyazaki, K. Yamamoto and H.Ogawa, *J. Appl. Cryst.*, **47**, 476 (2014).
- 3) H. Ogawa, T. Miyazaki, K. Shimokita, A. Fujiwara, M. Takenaka, T. Yamada, Y. Sugihara and M. Takata, *J. Appl. Cryst.*, **46**, 1610 (2013).

2014A7215

BL03XU

## 斜入射X線散乱法による高分子薄膜構造解析法の高度化

日東電工(株)<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>・名古屋工業大学<sup>3</sup>下北啓輔<sup>1</sup>・宮崎司<sup>1</sup>・小川紘樹<sup>2</sup>・山本勝宏<sup>3</sup>・ほかGI分科会メンバー

### 1. 緒言

高分子フィルムは包装材料、磁気材料、光学材料などとして各種産業分野で広く使われている。その製造プロセスも多岐にわたる。高分子フィルムの機能を最大化するためには、材料の構造を精密に評価し制御する必要がある。特に最近では材料の高機能化にともなって、製品に使われる材料は軽量化、薄層化されている。そこで材料表面・薄膜の機能化がますます重要になっている。そのため表面・薄膜の構造解析の重要性は増している。そこで斜入射小角X線散乱/広角X線回折法(Grazing Incidence Small-Angle X-ray Scattering; GISAXS/Wide-Angle X-ray Diffraction; GIWAXD)が放射光X線散乱技術の高度化とともに使われるようになってきた。しかしながら本法は通常の透過型の試料配置で使われるX線散乱法と比較して、試料調整、測定、解析のすべての点で複雑な取り扱いが必要になる。

FSBL BL03XUにおいても、第1ハッチにてGISAXS/GIWAXD法を使った薄膜の構造解析に関する応用研究が各社によってなされているが、上述の共通課題を抱えており有効な活用がなされていなかった。そこでFSBL内でGI分科会が作られGISAXS/GIWAXD法に関わる実験・解析技術の高度化と共有化が図られることになった。2014A期では典型的な試料を用いてデータ取得方法と基礎的な解析法の共有化をおこなった。

### 2. 実験

ポリスチレン/ポリメチルメタクリレートブロック共重合体(PS-b-PMMA)薄膜(膜厚: 約300 nm)を標準試料とした。このPS-b-PMMAの組成比は重量比で約7:3でバルクではシリンダー状のミクロ相分離構造を形成する。薄膜はトルエン溶液をSiウエハ上にスピコートして形成させた。GISAXS測定はBL03XU、第1ハッチでおこなった。検出器にはイメージインテンシファイア付きCCDを用いた。使用したX線の波長は0.1 nm、ビームサイズは約50  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$ であった。カメラ長の校正にはコラーゲンの6次反射を用いた。

### 3. 結果と考察

Figure 1はPS-b-PMMA薄膜の2次元GISAXSパターンである。入射角は0.11 degである。まず測定方法の共有化のためにおこなった工夫の一つは半透過のビームストップを用いたことである。これによりダイレクトビーム位置を正確に求めた。Figure 1の散乱スポットには2種類ある。入射X線が試料表面で屈折を受けて膜中に入射したX線がおこした散乱と、入射X線が基板により反射したX線がおこした散乱である。入射角を複数変えてこのうちの(01)面に相当する散乱スポット(図中に明示)を測定した(Figure 2)。この散乱スポッ

ト位置は歪波ボルン近似の下で計算できる<sup>1),2)</sup>。図中には(01)面の相関長を24.5 nmと仮定した計算値を実線で示しているが、両者はよく一致しており、測定法・基本的な解析法は確立できたと考えている。今後はさらに再現性よく試料をアライメントできるようにするためのビームストップや、環境に依存して構造が変わらない標準試料の作製、などの実験的な工夫をしていくことと、使い勝手のよい解析プログラムの整備などを分科会の活動としておこなっていく。

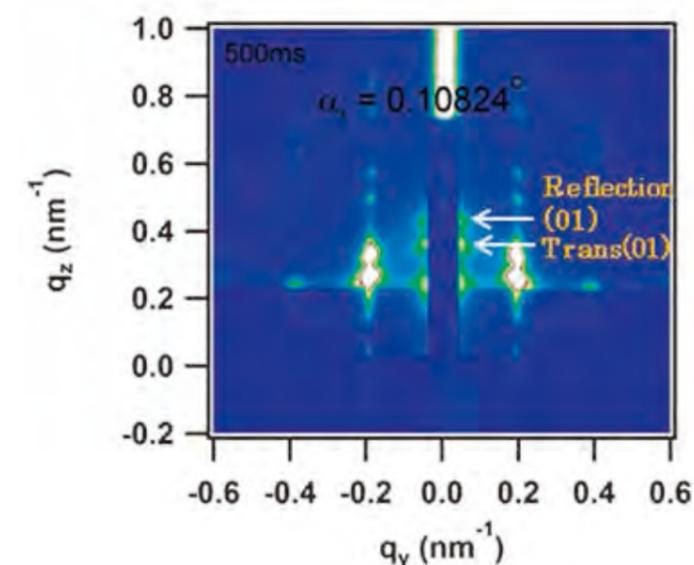


Figure 1. GISAXS result for a PS-b-PMMA thin film spin-coated on a Si substrate.

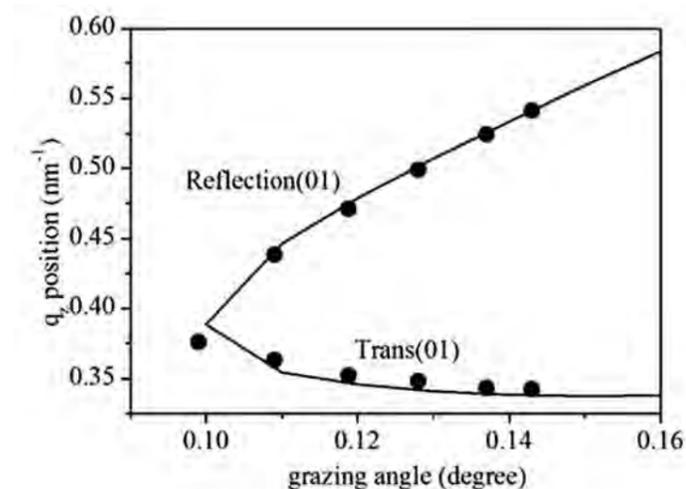


Figure 2. Scattering positions at each incident angle for a PS-b-PMMA thin film spin-coated on a Si substrate.

### 【参考文献】

- 1) M. Ree, et al., J. Appl. Cryst., **40**, 305 (2007).
- 2) M. Ree, et al., J. Appl. Cryst., **40**, 476 (2007).

2014A7216、2014B7265

BL03XU

## フッ素系高分子の伸長結晶化で生成するナノ配向結晶の結晶サイズの伸長ひずみ速度依存性

広島大学<sup>1</sup>・(株)ブリヂストン<sup>2</sup>  
岡田聖香<sup>1</sup>・北村祐二<sup>2</sup>・彦坂正道<sup>1</sup>

### 1. 緒言

ゴムや合成高分子における伸長結晶化メカニズムの解明は、高分子科学において重要な未解決問題である。我々は、代表的な汎用高分子の一種であるisotactic polypropylene (iPP) を過冷却融液から伸長結晶化し、伸長ひずみ速度( $\dot{\epsilon}$ )がある臨界値( $\dot{\epsilon}^*$ )を超えると新形態の「ナノ配向結晶(Nano-oriented crystals) (NOC)」が生成することを発見した<sup>1),2)</sup>。iPPのNOCは、数10 nmの単結晶であるナノ結晶が融液の伸長方向に配向した形態であり、高強度・高耐熱性などの高性能を示した。最近我々は、高機能性で知られるフッ素系樹脂の伸長結晶化でもNOCが普遍的に生成することを示した<sup>3)</sup>。フッ素系樹脂のNOCでは、高性能化だけではなく強誘電性など高機能化が期待できる。本研究の目的は、フッ素系樹脂の伸長結晶化で生成したナノ結晶のサイズ( $d$ )の $\dot{\epsilon}$ 依存性を明らかにすることである。

### 2. 実験

試料には、以下の三種類の高分子を用いた。これらは核生成時の結晶相の秩序度が異なり、各相は「高分子鎖の滑り拡散の難易度(=mobility)」が異なる。(1) Immobile: Poly vinylidene difluoride (PVDF) (MFR=2~4、(株)クレハ T#1100)。(2) Semi-mobile: iPP [重量平均分子量(23~34) × 10<sup>4</sup>、分散指数7~30、ペンタッド分率0.98]。(3) Mobile: Vinylidene fluoride / trifluoroethylene copolymer [P(VDF/TrFE)] (VDF分率75 mol%、ダイキン工業株)。静置場における平衡融点( $T_m^0$ )より20 K高い温度で各試料を融解後に結晶化温度( $T_c$ )に降温してから、プレス型とロール型の伸長結晶化装置を用いて $\dot{\epsilon}=1\sim 10^3\text{ s}^{-1}$ の範囲で伸長結晶化した<sup>1)</sup>。結晶化条件は、 $T_c=157\sim 160\text{ }^\circ\text{C}$  for PVDF、 $T_c=142\sim 155\text{ }^\circ\text{C}$  for iPP、 $T_c=135\sim 140\text{ }^\circ\text{C}$  for P(VDF/TrFE)である。伸長結晶化物の形態・構造の観察は、偏光顕微鏡とSPring-8、BL03XU、第2ハッチとSPring-8、BL40B2のSAXSを用いて三方向から行った。X線散乱の光学条件は、波長を0.1~0.2 nm、カメラ長を1.5~7.7 mとし、検出器にはイメージングプレート(IP)を用いた。

### 3. 結果と考察

三種類の物質のNOCの典型的なSAXSパターンをFigure 1に示す。融液を伸長した方向に2点像を示した。高結晶化度であると仮定して、2点像間の距離( $2q_d$ )から $d\cong 2\pi/q_d$  (1)よりナノ結晶の平均サイズ $d$ を得たり。ここで、 $q_d$ は2点像における散乱ベクトルである。Figure 1より、 $d\cong 15\text{ nm}$  for PVDF (2)、 $d\cong 26\text{ nm}$  for iPP (3)、 $d\cong 52\text{ nm}$  for P(VDF/TrFE) (4)であった。よって、高分子鎖の滑り拡散が容易な物質ほど $d$ が増大した。またFigure 2より、

各物質において、 $d$ は $\dot{\epsilon}$ によらずほぼ一定であった。加えて、各物質においてSAXSパターンがリングパターンから2点像に一変する $\dot{\epsilon}^*$ を得た。 $\dot{\epsilon}^*\cong 4.7\times 10^2\text{ s}^{-1}$  for PVDF (5)、 $\dot{\epsilon}^*\cong 1.5\times 10^2\text{ s}^{-1}$  for iPP (6)、 $\dot{\epsilon}^*\cong 1\times 10^1\text{ s}^{-1}$  for P(VDF/TrFE) (7)であった。よって、滑り拡散が容易な物質ほど $\dot{\epsilon}^*$ が小さいことが示された。従って、滑り拡散が容易なほどNOCが生成しやすいことがわかり、滑り拡散がNOC生成をコントロールしていることが明らかになった。

### 謝辞

試料を提供してくださいましたサンアロマー(株)に感謝いたします。BL40B2での実験は、課題No. 2012B1397と2013A1360で行いました。

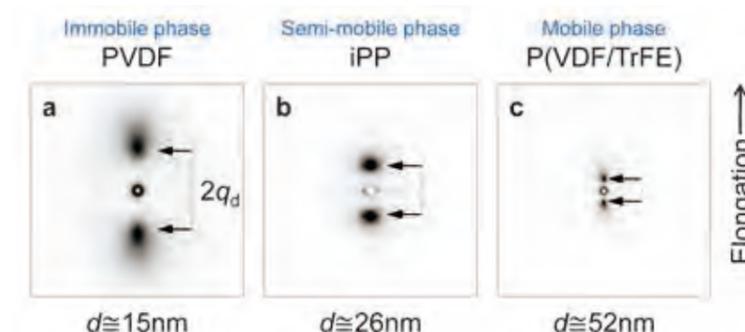


Figure 1. Typical SAXS patterns of NOC. a. PVDF,  $T_c=157\text{ }^\circ\text{C}$ . b. iPP,  $T_c=150\text{ }^\circ\text{C}$ . c. P(VDF/TrFE),  $T_c=140\text{ }^\circ\text{C}$ .

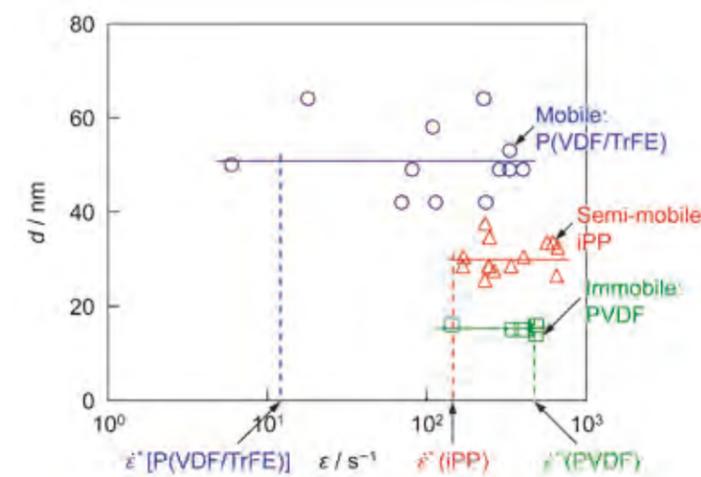


Figure 2.  $d$  vs.  $\dot{\epsilon}$  as a parameter of material.

### 【参考文献】

- 1) K. Okada *et al.*, *Polymer J.*, **42**, 464 (2010).
- 2) K. Okada *et al.*, *Polymer J.*, **45**, 70 (2013).
- 3) 彦坂正道, 岡田聖香, 北村祐二, FSBL第3回成果報告会 要旨集, p.16.

2014A7217、2014B7266

BL03XU

## 一軸伸長変形下における ポリエチレンの不均一密度揺らぎの動的観察

三井化学(株)<sup>1</sup>・京大院工<sup>2</sup>・理研<sup>3</sup>  
三田一樹<sup>1</sup>・竹中幹人<sup>2,3</sup>

### 1. 緒言

ポリエチレン(PE)はその優れた力学特性や成形性により日常的に最も広く使用されている高分子材料の一つであり、工業的に非常に重要な材料である。PEの力学特性は結晶化によって形成される階層構造に強く依存するため、目的の力学特性を得るためにはこの階層構造を制御することが極めて重要となる。高分子鎖が規則正しく折りたたまれた結晶格子構造、結晶相と非晶相が交互に積層されたラメラ構造、成長したラメラ構造が形成する分岐構造、分岐構造が充填されてできる球晶構造、という構造が階層的に存在する。PEの構造と物性の関係を明らかにするための研究は数多くなされてきた。特に結晶格子構造とラメラ構造については、それぞれ広角X線散乱(WAXS)法と小角X線散乱(SAXS)法を用いて変形下での構造変化を直接観察することができるため、詳細な研究がなされてきた。

一方、さらに大きな構造、サブミクロンスケールの構造が変形下でどのように変化するかについては、研究が十分には進んでいなかった。変形下でこのスケールの構造を直接観察する有効な手法がなかったのが一因と考えられる。近年になって、放射光を用いた超小角X線散乱(USAXS)法の技術確立がなされ、X線散乱法を用いてサブミクロンスケールの構造観察が可能となった。そのUSAXS法を用いて、PE球晶内部にマスマフラクタル次元2.6のサブミクロンスケールの密度揺らぎが存在することが明らかにされた<sup>1)</sup>。また、その密度揺らぎを持った試料に一軸伸長変形を印加するとある条件下では不均一な密度揺らぎが生じ特徴的なバタフライパターンと呼ばれる散乱パターンを示すこと、不均一密度揺らぎと力学特性には密接な関係があること等が、静的なUSAXS測定により明らかにされた<sup>2,3)</sup>。しかしながら、一軸伸長変形に伴った不均一密度揺らぎの発展を動的にin situ観察した研究例はまだ無い。力学特性と不均一密度揺らぎの関係を詳細に解き明かすためにはin situ観察は非常に有効な手法となる。そこで専用の延伸装置を開発し、PEの一軸伸長変形に伴った不均一密度揺らぎの発展の様子をin situ観察する実験を行ったので結果を報告する。

### 2. 実験

試料には直鎖状低密度PEのプレス成形品を用いた。USAXS測定は、SPring-8、BL03XU、第2ハッチにて行った。入射X線の波長は0.2 nmで、検出器にはイメージインテンシファイヤー付きCCDカメラを用いた。サンプルから検出器までの距離は7932 mmとした。専用の延伸装置を用いて $1.4 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の速度で一軸伸長変形を印加し、USAXSと応力-歪み曲線の同時測定を行った。印加した歪みの大きさは次式で定義され

る伸長比 $\varepsilon$ にて表す。

$$\varepsilon = \frac{L}{L_0} \quad (1)$$

ここで $L_0$ と $L$ はそれぞれ伸長変形印加前と印加時の試料長さである。USAXS測定の露光時間は670 msecとし、1 sec毎、即ち歪み $\varepsilon$ が $1.4 \times 10^{-3}$ 増加する毎に露光を行った。応力はロードセルを用いて測定した荷重を伸長前の試料断面積で除して求めた。

### 3. 結果と考察

得られたUSAXSパターンの抜粋と応力-歪み曲線を図1に示す。前報<sup>3)</sup>では応力-歪み曲線の降伏点より歪みが小さい領域での不均一密度揺らぎの発展について主に議論した。本報告でも同様の歪み領域について考察するため $\varepsilon = 1.00, 1.03, 1.05, 1.08, 1.10, 1.13, 1.15$ で測定されたUSAXSパターンをピックアップした。Figure 1(a)~(g)より、歪みが大きくなるにつれ散乱光強度が増大すること、さらにその強度の増大には異方性があり $\varepsilon = 1.08$ 以上の歪みでは伸長方向に平行方向に強度が増大し、2次元散乱像が明確なバタフライパターンとなることが分かった。これらの結果は前報の結果と定性的に一致する結果であり、前報の静的測定で捕らえた不均一密度揺らぎが伸長変形印加中に発生していることを確かめることができた。

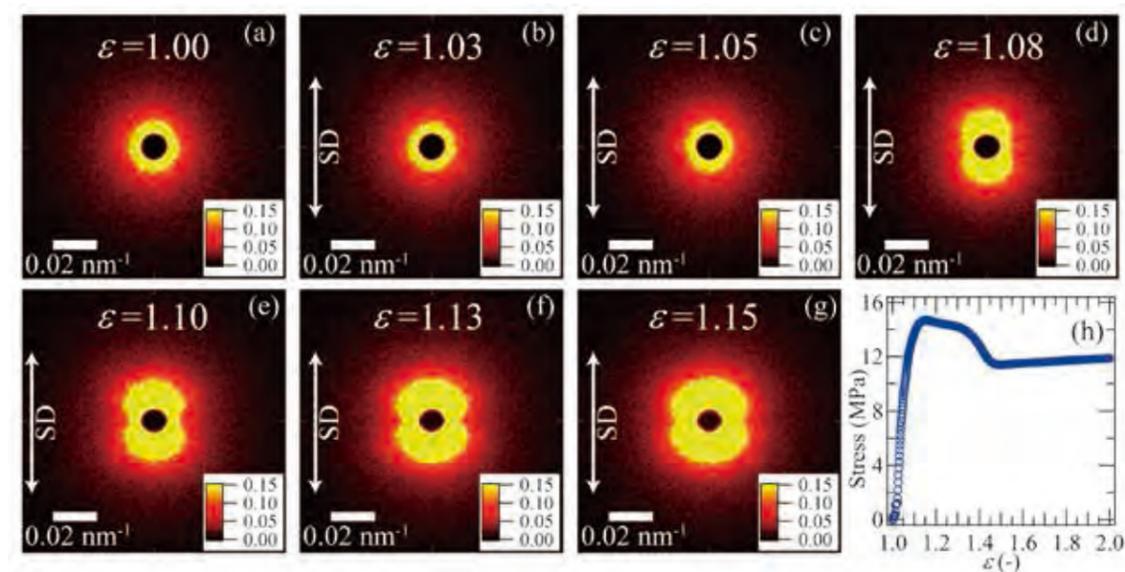


Figure 1. 2-dimensional USAXS patterns obtained at  $\varepsilon = 1.00$  (a), 1.03 (b), 1.05 (c), 1.08 (d), 1.10 (e), 1.13 (f), 1.15 (g), and a stress-strain curve obtained simultaneously with the USAXS patterns (h). Arrows indicate the stretch direction.

### 【参考文献】

- 1) M. Takenaka, H. Shimizu, and S. Nishitsuji. *Phys. Rev. E*, **75**, 061802 (2007).
- 2) S. Fujii, S. Nishitsuji, M. Takenaka, and H. Hasegawa. *Kobunshi Ronbunshu*, **66**, 612 (2009).
- 3) K. Mita, S. Fujii, S. Nishitsuji, and M. Takenaka. *Kobunshi Ronbunshu*, **71**, 573 (2014).

2014A7219、2014B7268

BL03XU

## GI-WAXSによる有機薄膜太陽電池の構造評価

(株)MCHC R&Dシナジーセンター<sup>1</sup>・京都大学<sup>2</sup>小島優子<sup>1</sup>・鈴木拓也<sup>1</sup>・竹中幹人<sup>2</sup>

### 1. 緒言

有機薄膜太陽電池の光電特性は活性層のナノ構造に依存することが知られており、その製造にあたっては塗布プロセスにおける薄膜形成・薄膜構造の制御が重要である。高分子系薄膜太陽電池の活性層では、ポリチオフェンをはじめとするp型半導体である導電性高分子とn型半導体であるフラレン誘導体とがバルクヘテロジャンクション(BHJ)構造と呼ばれるナノスケールの相分離構造を形成していることが知られている<sup>1)</sup>。高分子系薄膜太陽電池に可視光を照射するとBHJ構造のp/n界面で電荷分離が起こり、生成した正負電荷はそれぞれp層、n層を通して各電極に至り発電する。従って太陽電池の発電性能を高めるためには、BHJ構造の最適化が必須である。これまで我々はGI-SAXS, USAXSによりBHJ中のp型半導体であるフラレン誘導体の凝集構造について検討してきた<sup>2)</sup>。今回はp型半導体である導電性ポリマー Poly(3-hexylthiophene) (P3HT)とn型半導体のフラレン誘導体の結晶性についてのGI-WAXSによる評価を実施したので報告する。さらに、p型半導体である導電性ポリマー P3HTの結晶性および配向への温度アニールによる影響・効果についても併せて報告する。

### 2. 実験

シリコン基板上に作製した膜厚約 150 nm の P3HT : [6,6]- phenyl-C61-butyrac acid methyl ester (PCBM) 薄膜および PCBM 薄膜について、SPring-8、BL03XU、第1ハッチにてX線波長 = 0.1 nm、カメラ長 = 430 mm [検出器: imaging plate (IP)], 220 mm [検出器: flat panel display (FPD)]、露光時間 = 10 sec [検出器: IP], 2 sec [検出器: FPD]の測定条件にてGI-WAXS測定を実施した。測定温度はIP測定では室温、FPD測定では室温および150℃(昇

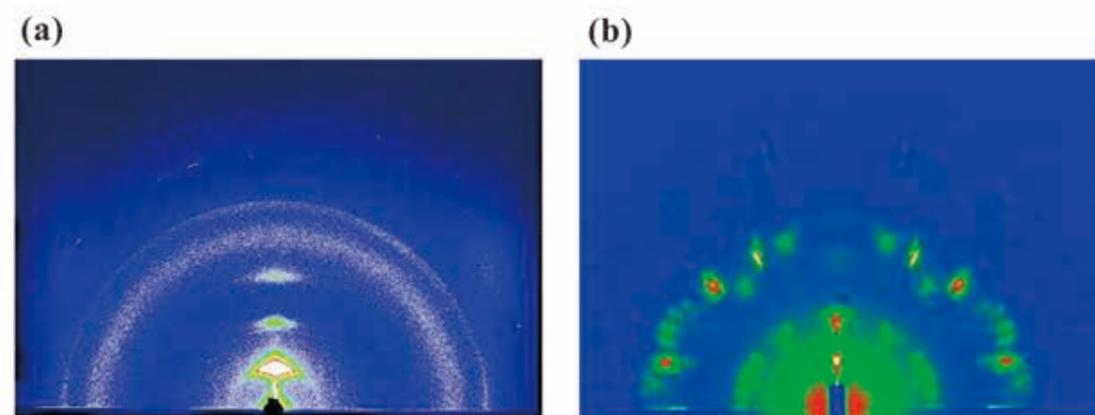


Figure 1. 2D GI-SAXS patterns of P3HT:PCBM film(a) and PCBM film(b).

温速度 = 0.4 °C / min)とした。

### 3. 結果と考察

P3HT:PCBM 薄膜のGI-WAXS測定(IP検出器)では、out-of-plane方向にP3HTのラメラ由来の強い回折ピークが観測された[Figure 1(a)参照]。このことからP3HTは結晶性でedge-on配向をとっていることが確認された。さらに高角側にはリング状のブロードなリング状のピークが、さらにその高角側にはP3HTのチオフェン環の $\pi$ スタック由来のピークが観測された。PCBM薄膜では、単結晶ライクなスポッティな回折ピークが観測された[Figure 1(b)参照]。PCBM薄膜の回折ピークの $2\theta$ 位置はP3HT: PCBM 薄膜のリング状のブロードなピークと良く一致していた。以上の結果から、P3HT:PCBM 薄膜のリング状のブロードなピークはPCBM由来であり、PCBMは単膜では結晶性が高くP3HTと混合膜を形成することにより結晶成長が阻害されることが推定された。

次に室温から150℃までの昇温GI-WAXS測定におけるP3HTの100ピークに着目すると、室温に較べて150℃ではP3HTの100ピークは円周方向にブロードニングすることが確認された(Figure 2参照)。このことから昇温によってP3HTのedge-on配向が低下したことが明らかになった。

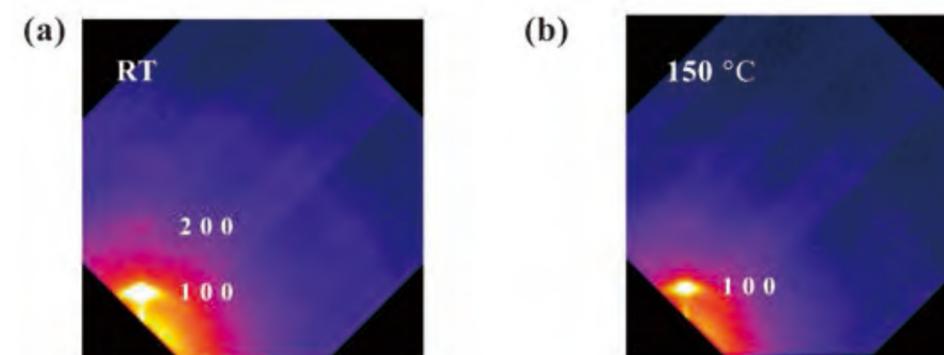


Figure 2. P3HT 100 peak of P3HT:PCBM film at room temperature(a) and 150°C(b).

太陽電池における電荷移動は膜厚方向であるため、P3HTのedge-on配向はチオフェン環のスタッキングが基板に平行で必ずしも好ましい配向ではないと言える。本結果から、温度アニールによってP3HTのedge-on配向を崩せる可能性が示唆された。今後はPCBMの温度アニールによる結晶性の影響についても評価を行い、これまで検討したPCBMの凝集構造の結果と今回のP3HTの結果を総合して薄膜構造と光電特性との関係について詳細に検討する予定である。

### 【参考文献】

- 1) G. Li, V. Shrotriya *et al Mater.* **4**, 864 (2005).
- 2) 小島優子 他, FSBL2013年度成果報告集, 55-56.

2014A7218、2014B7267

BL03XU

## 延伸下におけるポリプロピレンβ晶の結晶構造変化

日本ポリケム(株)<sup>1</sup>・北九州市立大学<sup>2</sup>栗原英夫<sup>1</sup>・北出慎一<sup>1</sup>・秋葉勇<sup>2</sup>・櫻井和朗<sup>2</sup>

### 1. 緒言

ポリプロピレン(PP)の結晶構造は最も一般的に現れる安定形のα晶(単斜晶)の他、β晶(六方晶)、γ晶(三方晶)など幾つかの晶系が存在する。この内β晶は特定の核剤を用いる事で容易に形成する事が可能である。β晶は高温(ホモPPの場合は一般に140℃程度以上)の熱処理によって安定形であるα晶へ転移することがよく知られている<sup>1,2)</sup>。

これまでにβ晶PPは射出成形品における配向層等で一般的に見られてはいたものの剛性がα晶に対して劣る為、工業的にβ晶を積極的に活用する材料設計は少なかった。しかし、最近になり徐々に衝撃強さや靱性の高さ、あるいはボイドの形成し易さといったβ晶の特性を生かした工業材料開発が進んでいる。

PPの押出し成形分野では一旦成形したシートまたはフィルムを再度加熱下で延伸して最終製品にする工程が良く行われている。また、β晶PPは、延伸等の力学的要因によってもα晶へと転移する<sup>3,4)</sup>。よって、このような成形分野でβ晶を利用する場合、変形に伴う結晶転移に関する情報は材料設計をする上で大変重要である。このような背景から、今回我々は時分割WAXD、SAXSの手法を用いて、β晶PPの延伸下における結晶構造の変化について検討した。

### 2. 実験

試料はZiegler-Natta触媒を用いて重合したMFR=10 g/10 minの市販PPを用いた。β晶核剤を1000 ppm添加して熔融混練し、加熱プレスにより厚さ約250 μmのフィルムを作製した後、幅10 mmにカットして延伸用試料とした。SPring-8、BL03XU、第2ハッチに井元製作所製の恒温槽付き超小型引張試験器IMC-18E0を設置し、初期チャック間距離30 mm、クロスヘッドスピード100 mm/minの条件で延伸しながらWAXD、SAXS同時測定を行った。X線波長は0.1 nmで実施した。また、測定は125~150℃の温度下で行った。

### 3. 結果と考察

25℃延伸下における応力-歪曲線およびWAXDの二次元パターン変化をFigure 1に示す。延伸開始時(歪0)ではβ晶が90%以上存在していたが、延伸に伴い降伏歪付近で急激にα晶の分率が増加し、β晶の多くがα晶へ転移した。この降伏歪付近でβ晶からα晶への急激な転移が起こる傾向は、測定したいずれの温度でも同様であった。

135℃と150℃における延伸時のWAXD二次元パターン変化をFigure 2に示す。135℃においては延伸開始後4 sec(歪22.2%)でほぼβ晶が消失したのに対し150℃では4 sec経過後も未だβ晶が明瞭に残っている事が分かる。今回測定した温度範囲では、温度が高いほ

どβ晶→α晶転移速度が低くなる傾向となった(IMC-18E0の昇温能力は約20℃/minであり、延伸温度への昇温工程で既に転移は起きており、延伸設定温度が高い方がα晶の回折が強くと表れている)。

熱処理による転移の検討では、高温である程最終的なα晶分率が高くなり、且つ転移速度も大きい事が報告されている<sup>2)</sup>。一方で、延伸による転移は低温ほど顕著であるという結果となっており、延伸による転移には、β晶PP分子にかかる応力の大きさが重要であることを示唆している。

本検討については、今後さらに温度範囲、延伸速度範囲を広げて継続する予定である。

### 【参考文献】

- 1) A. T. Jones, J. M. Aizlewood, D. M. Beckett, *Makromol. Chem.*, **75**, 134 (1964).
- 2) G. Y. Shi, *Makromol. Chem.*, **187**, 633 (1986).
- 3) F. Chu, T. Yamaoka and Y. Kimura, *Polymer*, **36**, 2523 (1995).
- 4) X. Wei, D. C. Martin and E. M. Arruda, *Polymer*, **46**, 455 (2005).

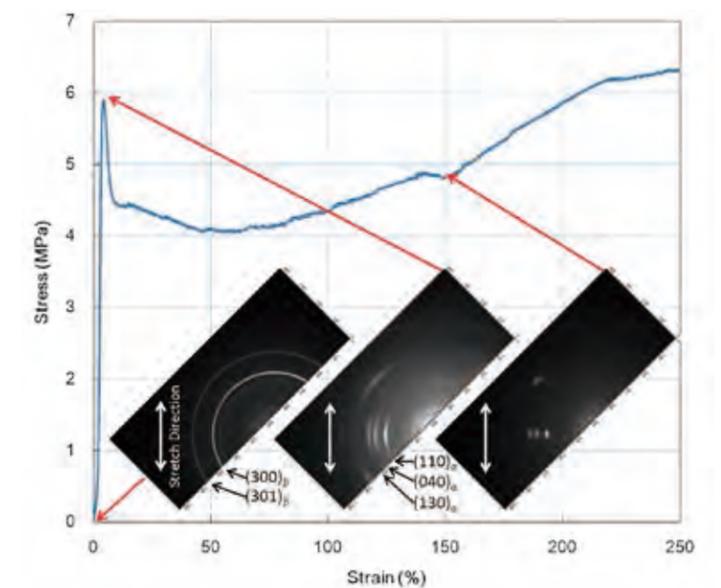


Figure 1. Stress-strain curve and X-ray diffraction pattern from β-PP film at 125 °C.

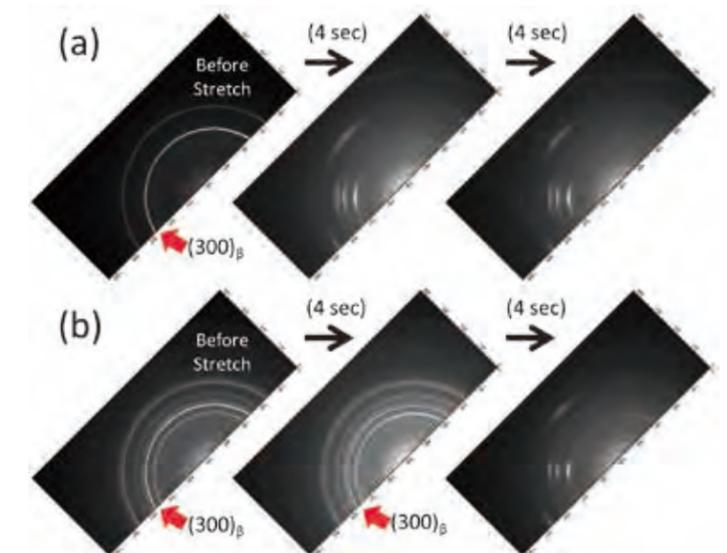


Figure 2. Change in the X-ray diffraction pattern under stretching at (a) 135 °C, (b) 150 °C.

2014A7220、2014B7269

BL03XU

## 高分子繊維の成形加工過程における構造変化の解析

三菱レイヨン(株)<sup>1</sup>・(株)MCHC R&Dシナジーセンター<sup>2</sup>・豊田工業大学<sup>3</sup>平野健司<sup>1</sup>・角谷和宣<sup>2</sup>・田代孝二<sup>3</sup>

### 1. 緒言

炭素繊維(carbon fiber : CF)は軽量かつ物性に優れた材料として、航空宇宙用途や産業用途で需要が拡大しつつあり、更なる高性能化が求められている。CFの性能はその前駆体であるポリアクリロニトリル(PAN)繊維の構造や物性に大きく依存し、PAN繊維構造形成メカニズムの解明が必要である。

PAN繊維の二次および高次構造は紡糸工程における延伸/緩和により形成され、CFの性能に大きな影響を及ぼす。しかし、延伸時の温度や速度、収縮率などの条件が構造形成にどのような影響を与えるかは十分に明らかになっていない。これまで当グループでは自作の高温炉付引張試験装置をSPring-8、BL03XU、第2ハッチ内に持ち込み室温で延伸を行った際のWAXD/SAXSの時分割測定を行い、PAN繊維の延伸に伴う構造変化メカニズムを解明してきた<sup>1)</sup>。本年度は室温延伸後に糸を収縮させる過程、およびPANのガラス転移点(約100℃)よりもさらに高い温度で延伸を行う過程で生じる構造変化を追跡した。

### 2. 実験

サンプルとして繊維径約10μmのPAN単繊維500本程度からなる繊維束を用意した。このサンプルを延伸した際の荷重変化とWAXD/SAXSの時分割測定を行った。入射X線波長は0.06nmで、その他の測定条件はTable 1に記載する。

Table 1. Experimental conditions

	WAXD	SAXS
camera length	220 mm	2346 mm
detector	FPD	II-CCD
exposure time	400 msec	400 msec
interval	400 msec	400 msec

### 3. 結果と考察

#### (i) 室温延伸/緩和過程

PAN繊維束を室温雰囲気中一定速度で延伸/緩和させた際の荷重変化とWAXD/SAXS像の代表図をFigure 1(a)に示す。まず延伸過程において、WAXDではPAN結晶由来の(200)反射のβ方向のピーク幅は狭くなり、配向度が向上する様子が確認された。また、赤道方向のピーク幅は広くなり、繊維軸に対して垂直方向のPAN分子鎖の微結晶領域のサイズは

減少していることが確認された。一方、SAXSでは繊維軸方向に散乱が生じた。これらの現象の詳細は、2012年度FSBL成果報告書に記載済みである<sup>1)</sup>。続いて緩和過程において、WAXDではPAN結晶由来の(200)反射のβ方向のピーク幅は広くなり、配向が悪化していることが確認された。また、赤道方向のピーク幅はほとんど変化せず、微結晶領域のサイズは延伸後の状態からほとんど変化しないことが確認された。一方、SAXSでは繊維軸方向に見られた散乱が消失した。

#### (ii) 熱延伸過程

PAN繊維束を150℃雰囲気中一定速度で延伸させた際の荷重変化をFigure 1(b)に示す。荷重の曲線上の点はWAXD/SAXS測定した時点を表している。高輝度X線源を用いたことで、構造変化を0.8秒ごとに追跡することができた。赤点におけるWAXD/SAXS像を併せて図示している。1.6秒付近で弾性率が大きく変化しており、前半は弾性域、後半は塑性域であると考えられる。WAXDではPAN結晶由来の(200)反射のβ方向のピーク幅は狭くなり、配向度が向上する様子が確認された。一方、SAXSでは、(i)に記載した室温延伸の場合と異なり、ほとんど変化が認められない。これは、PANガラス転移点(100℃)以上では分子鎖の熱運動が活発となり密度差が減少したためと考えられる。以上のように、高輝度X線源を用いて繊維変形過程におけるWAXD/SAXSの時分割測定を実施したことで、PAN繊維の構造変化メカニズムが明らかになりつつある。

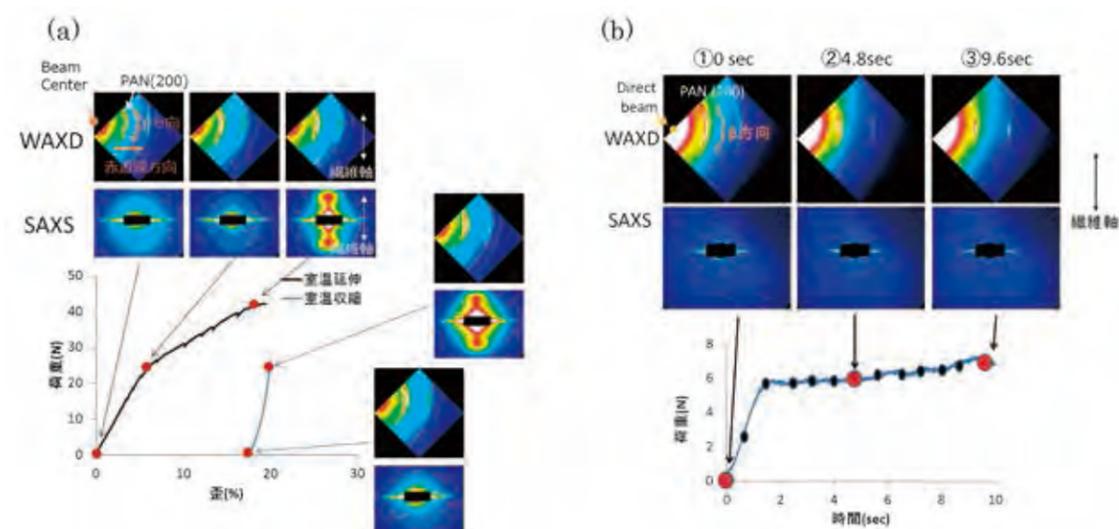


Figure 1. force-strain curve and SAXS/WAXD images of PAN fiber under stretching and shrinking processes at (a) room temperature and (b) 150 °C.

#### 【参考文献】

- 1) 平野健司, 角谷和宣, 小林貴幸, 藤江正樹, 川邊徳道, 田代孝二, 2012年度FSBL成果報告書, 63-64.

2014B7270

BL03XU

## 炭素繊維の構造分布と到達可能強度

東京工業大学 院理工<sup>1</sup>・三菱レイヨン(株)<sup>2</sup>  
塩谷正俊<sup>1</sup>・林界<sup>1</sup>・森岡優介<sup>1</sup>・池上裕基<sup>1</sup>・小林貴幸<sup>2</sup>

### 1. 緒言

炭素繊維の低コスト化やさらなる高性能化を目指して、新たな原料や製造方法の検討が活発になされている。このような検討においては、欠陥の除去やプロセスの改良によって開発中の繊維をどの程度まで高強度化し得るかが研究開発の方針を決める上で重要となる。炭素繊維のように脆性が高い材料の引張破断は初期欠陥が起点となって生じ、材料自体の特性のみならず初期欠陥の形状やサイズによって強度が支配される。しかし、引張試験を行う前に破断の起点となる初期欠陥を特定し、その形状やサイズ、周辺の構造を解析することは極めて難しい。そこで本実験では、集束イオンビーム加工装置(FIB)を用いて炭素繊維表面にノッチを導入してから引張試験を行うことによって、形状やサイズが既知であるノッチを起点とする破断を生じさせた。ノッチの形状やサイズに応じた応力集中を考慮して、ノッチ先端部の領域の破断強度を求めた。このようにして得られた強度は欠陥の除去やプロセスの改良によって到達し得る強度(到達可能強度)である。この値は理想的な構造を仮定して理論的に計算される強度とは異なり、ノッチ先端部の微細構造を反映する強度である。本実験では、この部分の微細構造をX線マイクロビームによって解析し、構造と到達可能強度の関連を検討した<sup>1)</sup>。なお、実験方法や実験条件に関しては、昨年度において予備的な検討を行っている。

### 2. 実験

FIBを用いてポリアクリロニトリル(PAN)系炭素繊維表面に先端曲率半径0.08~1 μmのノッチを種々の深さで導入した[Figure 1(a)]。これらの繊維の単繊維引張試験を試長6 mm、ひずみ速度2% min<sup>-1</sup>として行った。得られた引張強度にノッチ先端部の応力集中係数を掛けることによって到達可能強度を求めた。SPring-8、BL03XUにおけるX線マイクロビームを用いた広角X線回折によって、炭素繊維の直径方向の構造分布を解析した。波長0.1 nm、繊維軸方向のビームサイズ1.2 μm、直径方向のビームサイズ0.9 μm、カメラ長630 mmとし、検出器にはFlat panel detectorを用いて露光時間40 secとした。

### 3. 結果と考察

引張強度4.7 GPa、引張弾性率235 GPa、直径7.1 μmのPAN系炭素繊維について求めた到達可能強度をノッチ深さに対してFigure 1(b)に示す。図中の○は個々の単繊維について求めた値であり、●は半径をいくつかの区間に分割し、各区間内でそれらの値を平均した値である。ノッチのない炭素繊維について求めた局所領域における炭素網面の積層厚及び配向度を半径方向の位置の関数としてFigure 1(c)に示す。この繊維では、繊維表面は繊維中

心に比べて結晶サイズが小さく配向が高いが、到達可能強度も繊維表面に近いほど高い値を示している。

Figure 1(b)に示した到達可能強度の計算には、Inglisの式に基づいて計算される応力集中係数を用いた。しかし、炭素繊維は弾性率の異方性が顕著であり、このことを考慮すると応力集中係数はさらに大きい値となり、到達可能強度もさらに高い値であると予想される<sup>2)</sup>。

ところで、炭素繊維の引張強度をWeibull分布に基づいて解析することによって、任意の試長における引張強度を予測することができる。この場合、試長が0に近付くと強度が無限大になると予測される。また、欠陥サイズと強度の関係をGriffithの式に基づいて解析した場合でも、欠陥サイズが0に近付くと強度が無限大になると予測される。しかし、実際にはこのようなことは起こらず、到達可能強度が強度の上限を与える。これは、Weibull分布やGriffithの式に基づく解析では破壊のエネルギー条件のみを考慮しているが、これに加えて到達可能強度が示す応力条件も考慮する必要があるためである。

今後、構造と到達可能強度の関係についてのデータをさらに蓄積し、より詳細な検討を行うことが炭素繊維の構造と強度の本質的な理解に繋がると考えられる。

### 【参考文献】

- 1) 塩谷正俊, 林界, 杉本慶喜, 小林貴幸, 第41回炭素材料学会年会要旨集, 162 (2014).
- 2) 杉本慶喜, 藤田和宏, 岩下哲雄, 塩谷正俊, 影山和郎, 第6回日本複合材料会議, 2D02, (2015).

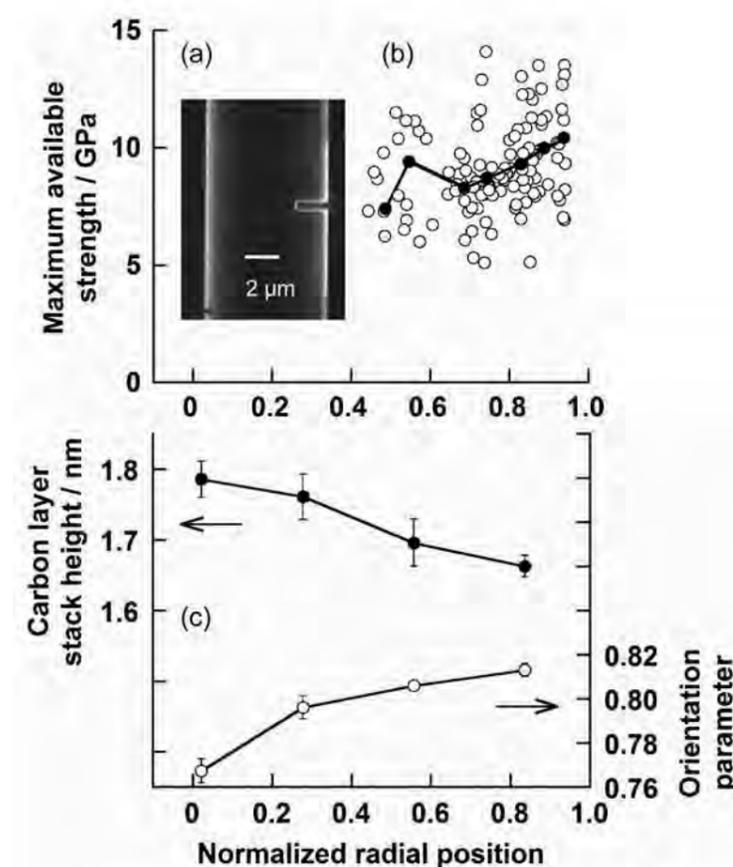


Figure 1. (a) Image of the surface notched carbon fiber, (b) maximum available strength, and (c) carbon layer stack height and orientation parameter of the carbon layer normal. Normalized radial position is 0 at the fiber center and 1 at the fiber surface.

2013A1816, 2014A7221, 2014B7271

BL03XU

## ペイン効果とゴム充填系の階層構造の相関に関する研究

横浜ゴム(株)<sup>1</sup>・京大院工<sup>2</sup>・山大院工<sup>3</sup>網野直也<sup>1</sup>・三原諭<sup>1</sup>・竹中幹人<sup>2</sup>・西辻祥太郎<sup>3</sup>

### 1. 緒言

ゴム充てん系の動的弾性率においてペイン効果と呼ばれる現象がある。これは一定の剪断速度において動的弾性率がひずみの振幅の増大に伴い低下する現象である。このペイン効果の大きさは、タイヤの転がり抵抗に大きな影響を及ぼす。ペイン効果の発現は、せん断変形下におけるゴム充てん系の構造変化のひずみ振幅への依存性に由来しているものと考えられる。五十野らは、カーボンブラック充てん系の粘弾性の測定および変形中の導電率の測定の結果などより、このペイン効果は、充てん剤の形成する物理的なネットワーク構造の破壊によって生じるという事を見出している<sup>1)</sup>。以前より我々は、観測する長さスケール(波数スケール)の異なる各種散乱法を組み合わせた方法により、ゴム充てん系における階層構造の解析を行ってきた。その結果、ゴム充てん系は、多くの場合、一次粒子表面のフラクタル構造→一次粒子→一次粒子の凝集体→凝集体によるフラクタル構造、という階層構造を形成していることが明らかになってきた<sup>2)</sup>。この階層構造が、せん断変形下においてどのように応答するのかを明らかにする事によって、ペイン効果の原因を明らかにすることができると考えられる。そこで本研究においては、せん断変形下におけるゴム充てん系の構造変化を、時分割超小角X線散乱法によりフラクタル構造および一次粒子の凝集体の構造をその場観察し、散乱光強度とひずみとの相関を調べる事によって、ペイン効果と階層構造の関連を明らかにする事を目的とする。

### 2. 実験

ゴムとしては、SBR(SBR, 日本ゼオン社製 Nipol1502)を用いた。シリカ粒子は平均1次粒子直径が20 nmの物を用いた。試料としてはTable 1に示す様な2種類の混合比のサンプルを150℃で200 sec混練することによって作成し、散乱実験に用いた。2種類のサンプルの比較によりシランカップリング剤の効果を調べた。

2次元超小角X線散乱実験はSPring-8、BL19B2、BL03XUにおいて実施した。油圧式せん断装置を用いて周期的な一軸伸長変形をかけ、時分割USAXS測定を行った。実験条件は周波数0.01/sで、最大ひずみが50%である。

### 3. 結果と考察

せん断印加前のゴム充てん系における散乱より、どちらのサンプルも慣性半径9 nmの

シリカ1次粒子が慣性半径30 nm程度の大きさの基本単位をもつアグリゲートと呼ばれる凝集体構造を形成しており、その凝集体がフラクタル次元2.6を持つネットワーク構造を形成している事が明らかになった。ひずみ引加下においてその場観察を行い、ひずみに対して散乱光強度がどのように相関しているかを明らかにするために、以下に示す様に散乱光強度とひずみの相関関数を求めた。まず、散乱光強度の変化量を特徴付ける関数 $A(\mathbf{q}, t)$ は以下の様に定義される。

$$A(\mathbf{q}, t) = \frac{I(\mathbf{q}, t) - I_{ave}(\mathbf{q})}{I_{ave}(\mathbf{q})} \quad (1)$$

ここで、 $I(\mathbf{q}, t)$ は波数ベクトル $\mathbf{q}$ 、時刻 $t$ における散乱光強度、 $I_{ave}(\mathbf{q})$ は $I(\mathbf{q}, t)$ の時間平均である。この $A(\mathbf{q}, t)$ とひずみ $\varepsilon(t)$ の相関関数を次式で計算した。

$$X(\mathbf{q}, t) = \frac{1}{T} \int_0^T A(\mathbf{q}, t) \varepsilon(t) dt \quad (2)$$

ここでひずみは

$$\varepsilon(t) = \frac{I(t) - I_{ave}}{I_{ave}} \quad (3)$$

で定義される。Figure 1およびFigure 2にシランカップリング剤なしと有りの $X(\mathbf{q}, t)$ の鳥瞰図をそれぞれ示す。ここで $q_x$ が延伸方向である。シランカップリング剤なしの方が有りに比べて延伸方向に強い正の相関が観測される。延伸に対して、アフィン変形が起こっている場合には、延伸方向に負の相関が現れるのに対して、網目密度が不均一な化学ゲルの延伸においては延伸に対しては、不均一変形を反映して正の相関が現れる。このゴム充填系の変形においても延伸方向に正の相関が見られる事により、不均一変形、すなわち凝集体のネットワークの破壊などが起こっている事がわかった。大きなペイン効果がシランカップリング剤なしにおいて見られることより、この相関関数の結果は凝集体ネットワークの構造の破壊がペイン効果に強く相関していることが明らかになった。

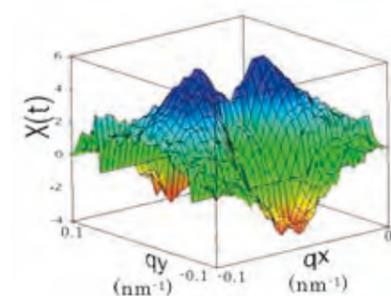


Figure 1. シランカップリング剤なしゴム充填系における $X(\mathbf{q}, t)$ の鳥瞰図

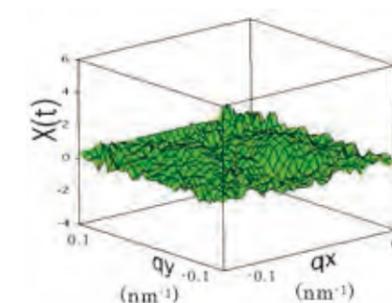


Figure 2. シランカップリング剤ありゴム充填系における $X(\mathbf{q}, t)$ の鳥瞰図

2014A7222、2014B7272

BL03XU

## ポリエチレンテレフタレート of 伸長結晶化における ナノ配向結晶の生成

広島大学<sup>1</sup>・帝人デュポンフィルム(株)<sup>2</sup>  
岡田聖香<sup>1</sup>・田中良敬<sup>2</sup>・彦坂正道<sup>1</sup>

### 1. 緒言

我々はisotactic polypropylene (iPP) の過冷却融液を伸長結晶化すると、伸長ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}$ ) がある臨界値 ( $\dot{\epsilon}^*$ ) 以上で構造・形態が「ナノ配向結晶 (Nano-oriented crystals) (NOC)」へ一変することを発見した<sup>1)</sup>。高分子の伸長結晶化メカニズムの解明において、NOC生成の普遍性の検証は重要である。本研究の目的は、poly(ethylene terephthalate) (PET) がNOCになることを検証することである。PETはポリオレフィンと比べて物性に優れ、リサイクルも可能である。しかし、従来方法で成形されたPETシートは結晶化度 ( $w_c$ ) が30~50%と低いいため、高性能が発揮できなかった。本研究の意義は、PETでNOCが生成することによりNOC生成の普遍性検証を進めることができることである。また、高結晶化することで、PETのさらなる高性能化が期待できる。

### 2. 実験

試料には重量平均分子量  $M_w=80 \times 10^4$ 、分散指数  $M_w/M_n=2.22$  のPETを用いた。平衡融点 ( $T_m^0$ ) は  $T_m^0=310$  or  $280$  °Cとされているが、不確定である<sup>2,3)</sup>。最高温度  $T_{max}=310\sim 320$  °C >  $T_m^0$  で融解後、結晶化温度  $T_c=238\sim 245$  °Cにして、自作のロール成形機を用いて  $\dot{\epsilon}=(2\sim 4) \times 10^2$  s<sup>-1</sup> で伸長結晶化した<sup>1)</sup>。ここで、伸長方向を machine direction (MD)、シート巾方向を transverse direction (TD)、シート厚さ方向を normal direction (ND) とする。伸長結晶化物の形態・構造の観察は、偏光顕微鏡と SPring-8、BL03XU、第2ハッチの SAXS と WAXS を用いて三方向から行った。X線散乱の光学条件は、波長を 0.07~0.15 nm、カメラ長を 0.3~1.5 m とし、検出器にはイメージングプレート (IP) を用いた。

### 3. 結果と考察

PETのNOCの典型的なX線散乱パターンをFigure 1に示す。SAXSパターンのthrough-viewはMDに配向した強い2点像と赤道方向 (TD) に非常に弱い2点像を示した。これより、MDに強い相関があるだけでなく、TDに弱い相関があることがわかった。TDの弱い相関はiPPでは観察されず、PETで初めて観察されたものである<sup>1)</sup>。Edge-viewはthrough-viewと似たパターンを示した。End-viewは、TDに配向した弱い2点像を示した。よって、下記のWAXSの結果も総合することにより、PETもNOCが生成したことがわかった。2点像の散乱ベクトル ( $q_d$ ) から、ナノ結晶サイズ ( $d$ ) は  $d \cong 2\pi/q_d \cong 21$  nm for MD (1)、 $d \cong 15$  nm for TD (2) を得た<sup>1)</sup>。ここで  $w_c \cong 1$  (3) と仮定した。WAXSパターンより、unit cell構造は通常と同じtriclinicであった。Through-viewはMDに高配向したfiberパターンであった。Edge-view

もMDに高配向したパターンを示したが、100反射の強度が著しく強かった。End-viewはアーク状パターンであった。よって、構造が二軸配向していることがわかった。

PETのNOCの構造・形態の模式図をFigure 2に示した。MDに沿ってナノ結晶がパラクリスタル的に配列しているが、TDにも弱い相関がある点がiPPと異なる<sup>1)</sup>。ナノ結晶の平均サイズは、長さ約21 nm、巾が約15 nmのラグビーボール状であった。またナノ結晶の構造は、分子鎖が第一次近似としてMDに沿って高配向していた<sup>4)</sup>。WAXSの第一層線の反射が凸凹なので、冷延伸後に定長で最高温度でアニールしたときに顕著になる、c軸がMDに対してtiltしたPETに固有な高秩序度の構造が生成していることがわかった<sup>4),5)</sup>。この構造の異方性は、Kunugiらの示した板状延伸試料に見られた異方性と似ていた<sup>6)</sup>。以上の結果から、PETの伸長結晶化でNOCが生成することが検証でき、NOCは高分子鎖の一次構造の「個性」を反映した構造・形態を示すことがわかった。

### 【参考文献】

- 1) K. Okada *et al.*, *Polymer J.*, **42**, 464 (2010).
- 2) S. Fakirov *et al.*, *Polymer*, **18**, 1121 (1977).
- 3) 池田守男 他, *高分子化学*, **24**, 378 (1967).
- 4) T. Asano, and T. Seto, *Polymer J.*, **5**, 72 (1973).
- 5) R. de P. Daubeny *et al.*, *Proc. Roy. Soc. London*, **A226**, 531 (1954).
- 6) T. Kunugi *et al.*, *J. Appl. Polymer Sci.*, **31**, 429 (1986).

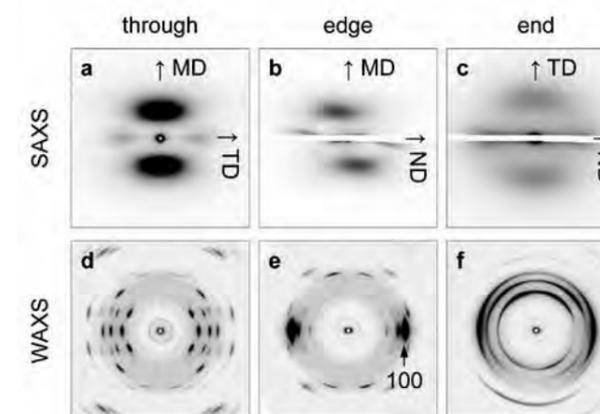


Figure 1. Typical SAXS and WAXS patterns of NOC.  $T_c=241$  °C and  $\dot{\epsilon}=2.7 \times 10^2$  s<sup>-1</sup>.

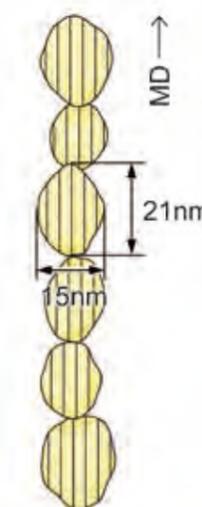


Figure 2. Schematic illustration of the structure and morphology model of NOC for through-view.

2014A7223 2014B7273

BL03XU

## GISAXSによるブロックコポリマー薄膜の膨潤とナノ多孔形成の解析 GISAXSによるブロックコポリマー薄膜のナノ多孔形成の解析

帝人(株)<sup>1</sup>・東京大学<sup>2</sup>  
佐藤和彦<sup>1</sup>・横山英明<sup>2</sup>

### 1. 緒言

ブロックコポリマーの自己組織化は古くから知られ、数十nmというほかの手法ではアクセスしにくいサイズを持った構造の鋳型として注目されてきた。特にブロックコポリマーリソグラフィは新たな研究分野となり、現在も多くの研究者が取り組んでいる。その基礎は、ブロックコポリマーの1成分の分解による空孔化であった。例えば、ポリイソプレンのオゾン分解、生分解性ブロックの塩基による分解、ポリメチルメタクリレート紫外線による分解などが知られているが、いずれの方法も分解後は単一のホモポリマーとなることから、その表面に高度な機能を付与することは困難であった。一方、本研究において提案する空間制御手法は、ブロックコポリマーをテンプレートとして極性溶媒、非極性溶媒、イオン液体、超臨界流体など、あるいはそれらの混合物中でブロックコポリマーの特定成分を選択膨潤させ、構造を凍結した後に流体を除去し、非破壊でメゾ空間制御を実現する手法であり、高い汎用性が期待される。(Figure 1参照)昨年度は2013B7271において両親媒性であるPoly(styrene-*b*-2-vinyl pyridine)を用いてエタノールを主溶媒とした多孔化に成功しているが、本年度は、疎水性ポリマーからなるブロックコポリマーの多孔化を狙い、代表的なブロックコポリマーであるPoly(styrene-*b*-isoprene) (PS-PI)の多孔化を試みた。

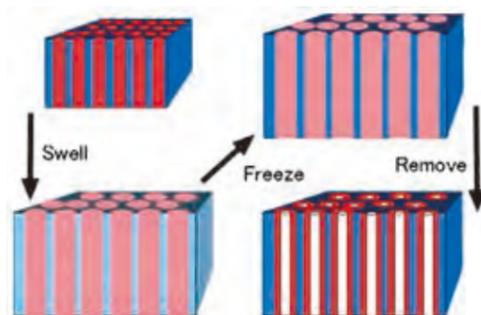


Figure 1. Meso space fabrication method in this study.

### 2. 実験

鋳型となるブロックコポリマーとしてPS-PIを用いた。PSは41k、PIは10kである。溶媒にはPIを選択膨潤させる2-methylhexane(2MH)と両ブロックを膨潤させるTolueneを用いた。PS-PIのトルエン溶液(5 wt%)をシリコンウェハー上にスピンキャスト(3000 rpm, 10 s)により製膜した後、ミクロ相分離構造を誘起するために熱によるアニール(150 °C, 20 h)を行った。その後Figure 1に示したように、サンプルを2MHとトルエンの混合溶媒中に浸し両ブロックを膨潤させ(Swell)、続いて混合溶媒中のトルエンを除去することでPSの構造を凍結し(Freeze)、最後に2MH中からサンプルを取り出し乾燥させることで(Remove)、多孔体を作成した。複数の液体の混合比が自由に変えられるフローセルシステムを構築し、混合溶媒中のトルエンの体積分率を操作することで得られる構造の制御を

行った。構造解析は電界放射型走査型電子顕微鏡(FE-SEM)およびSPring-8、BL03XUを用いた斜入射小角X線散乱(GI-SAXS)により行った。

### 3. 結果と考察

熱処理したPS-PIのGISAXSパターンをFigure 2左パネルに示す。等方的な一次ピークのみが見られ、乱れを伴った球状構造と考えられる。この試料をトルエン濃度が2 vol%から8 vol%まで2 vol%刻みの混合溶媒で多孔化処理を行った。トルエン濃度が2 vol%中で多孔化処理したサンプルのGISAXSパターン(Figure 2中央)では、規則性が失われ空孔由来と考えられる構造因子のみが観察される。さらにこの試料のSEM像(Figure 2右)では多孔化の進行が観察された。SEMでの観察の前に内部構造を確認するためフィルムにイオンエッチングを行った。この結果から、ランダムに連結したナノ多孔が形成されていることが示された。空孔の連結性は、空孔形成のメカニズムから保障されているが、液体の透過実験での確認が必要である。

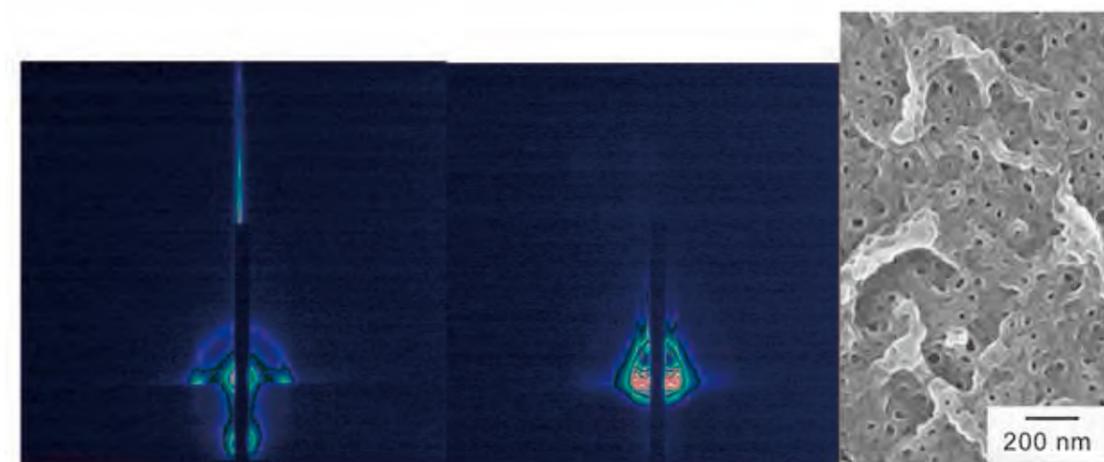


Figure 2. GISAXS patterns of annealed (left) and processed (center) PS-PI films and the SEM image (right) of processed PS-PI film.

2014A7225、2014B7275

BL03XU

## GIWAXSによる有機半導体薄膜の構造解析

DIC(株)<sup>1</sup>・九州大学<sup>2</sup>小池淳一郎<sup>1</sup>・田村雄児<sup>1</sup>・鈴木淳平<sup>1</sup>・檜垣勇次<sup>2</sup>・高原淳<sup>2</sup>・浅田匡彦<sup>1</sup>

## 1. 緒言

次世代のディスプレイなど電子デバイス用途としてフレキシビリティや低環境負荷、コストなどの面から有機半導体薄膜が注目されており、最近では低分子芳香環化合物が注目され研究が盛んである<sup>1),2)</sup>。キャリア移動度は分子の配列やパッキングに左右されると言われており、単結晶構造解析の重要性もさることながら、実際の薄膜状態での結晶構造を把握することは実デバイスの移動度向上に最も重要であると考えられる。本研究では、有機半導体分子の溶液試料を用い、塗布型で形成した有機半導体薄膜についてGIWAXSにより時分割の乾燥過程も含めた構造解析を試みた。

## 2. 実験

ベンゾチオフェンをコアとして両端にオクチル鎖がついた有機化合物 2,7-dioctyl[1]benzothieno[3,2-b]benzothiophene(C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub>) (Aldrich)を *p*-Xylene に溶解させ、濃度 0.25 および 0.5 wt% の試料溶液を調整した。0.5% 溶液をシリコン基板上にてスピコートにより成膜(3000 rpm / 10 sec)し平均膜厚 17.4 nm の均一薄膜を得た。SPring-8、BL03XU、第1ハッチにて波長 0.1 nm でGIWAXS測定を行った。X線入射角は 0.08° としカメラ長 164 mm の条件でフラットパネル検出器(FPD)を用いた。また、溶液からの成膜過程を時分割測定する実験を試みた。ハッチ外から遠隔操作可能な小型自動塗工機[(株)マイズ試験機製]を試料台にセットし、0.25% 溶液をシリコン基板上に滴下した後、バーコーター #3(ウェット厚 6.7 μm)により室温にて塗工速度 20 mm/sec で塗工した。塗工直後から 5 sec 毎に FPD にて時分割の散乱像を得た。X線入射角は 0.08° とし、波長 0.1 nm、カメラ長 135 mm の条件とした。

## 3. 結果と考察

Figure 1 にシリコン基板上のスピコート膜の散乱像を示す。面外(Out-of-plane)および面内(In-plane)方向に特徴的な周期構造が示唆される。面内方向にはとくにYoneda line近傍に輝点がみられ、またビーム中心から放射方向にも散乱があることが分かるが、これらの帰属と解釈については不明な点が多くさらなる実験が必要である。ここでは反射ビーム中心から面外方向、面内方向(Yoneda line近傍のみ)に1次元化したグラフをFigure 2 に示す。面外のピークは分子長方向の積層からなる周期構造に由来し、分子長の約 2.9 nm に対応する(002)(2次)、(003)(3次)のピークと帰属できる。

次に、自動塗工機を用いた時分割測定の結果を示す。バーコーターによる塗布では液膜は予定より厚くなり、自然乾燥により最終的には目視で不均一な膜が形成された。Figure

3には乾燥後の散乱像を示す。面内、面外方向の1次元化によって得られた時分割および熱処理前後のグラフをFigure 4に示す。面内の周期構造が先に15~20 secから現れ、遅れて25 secから積層方向(面外)の周期構造が現れた。スタッキングによる分子間周期構造が先立って形成されることを示唆している。薄膜構造はスピコート膜とは異なり、成膜条件の違いによる膜厚や多結晶ドメインサイズなどの不均一さが影響していると考えられる。C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub>は昇温過程でSmE層を経て126 °C以上で等方相になることがDSCから分かっている。乾燥後の薄膜を試料台上で120 °Cまで昇温したところ周期性ピークは消失し、その後放冷した薄膜ではFigure 4に示すように異なるピークが見られ、スピコート膜の構造と混在したような構造のように見える。塗工方法や乾燥過程など成膜条件の違いと薄膜の周期構造と半導体特性の関係を今後さらなる実験と解析で詳細に検討を進めていく必要がある。



Figure 1. GIWAXS image of spin-coated C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub> thin film. Cross mark shows specular beam center. Vertical and horizontal arrows correspond to out-of-plane and in-plane direction.

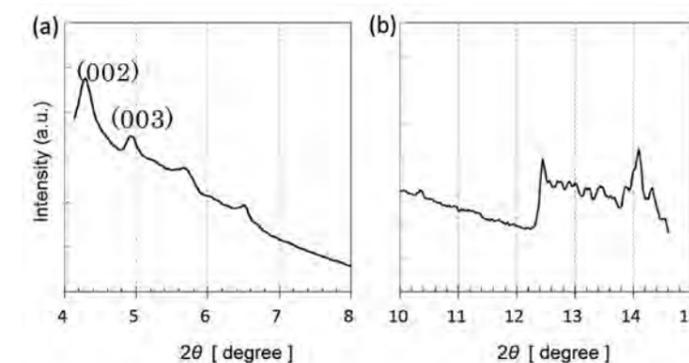


Figure 2. GIWAXS 1D profiles of spin-coated C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub> thin film. (a) Out-of-plane, (b) In-plane.



Figure 3. GIWAXS 2D image of bar-coated C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub> thin film after drying process (before anneal).

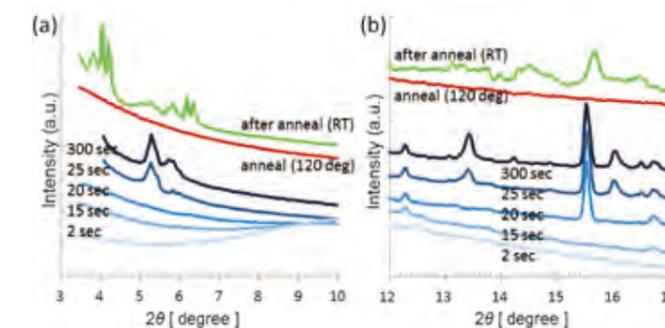


Figure 4. GIWAXS 1D profiles of bar-coated C<sub>8</sub>-BTBT-C<sub>8</sub> under drying and anneal process. (a) Out-of-plane, (b) In-plane.

## 【参考文献】

- 1) G. Gababode, *et al.*, *Appl. Mater. Interfaces*, **6**, 13413 – 13421 (2014).
- 2) H. Ebata, K. Takimiya, *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **129**, 15732 – 15733 (2007).

2014A7225、2014B7275

BL03XU

## 微小角入射広角X線回折に基づく電子受容体高分子の分子鎖凝集構造解明

九州大学先端物質化学研究所<sup>1</sup>・DIC(株)<sup>2</sup>  
平井智康<sup>1</sup>・城戸信人<sup>1</sup>・高原淳<sup>1</sup>・小池淳一郎<sup>2</sup>

### 1. 緒言

高度に秩序化したペリレンジイミド(PDI)誘導体は優れた電子移動度、耐酸化性を示すため、有機薄膜太陽電池を始めとする電子材料の電子受容体成分として応用が期待されている<sup>1)</sup>。これまでに、低分子量のPDI誘導体が電子材料として汎用的に用いられているが、その製膜性の低さから基材への塗布法として真空蒸着法が一般的に用いられており、今後益々求められる低コスト化に限界がきている。この問題を解決するためのアプローチとして、PDI成分を高分子の側鎖基に導入した材料の開発に関心が持たれている<sup>2)</sup>。PDIを含有する高分子に対して優れた機能を付与するためには、薄膜状態におけるPDI成分の秩序構造の精密制御が必要不可欠である。本研究では、新規側鎖型PDI含有高分子の合成を行い、放射光を用いて精密構造解析を行うことで、膜内部に形成されるPDIの凝集構造を明らかにすることを目的とした。

### 2. 実験

側鎖にPDIを含有するモノマー(AC12PDI)をニトロキシド媒介重合法に基づき重合することでPAC12PDIを得た。Figure 1にPAC12PDIの化学組成および本研究で提案する実験の概念図を示す。ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)測定により評価した分子量および分子量分布はそれぞれ、8,000、1.35であった。PAC12PDIの熱物性を示差走査熱量(DSC)測定および粉末広角X線回折(WAXD)測定(SPring-8 BL02B2)、偏光顕微鏡観察により評価した。スピンキャスト法により、シリコン基板上に膜厚約70 nmの薄膜を調製し、PAC12PDI薄膜の高次構造解析を微小角入射広角X線回折(GIWAXD)測定(SPring-8 BL03XU)により評価した。入射X線波長は0.1 nmとした。また検出器としてイメージングプレート(IP、カメラ長638 mm)およびフラットパネルディスプレイ(FPD、カメラ長72.9 mm)をそれぞれ用いた。

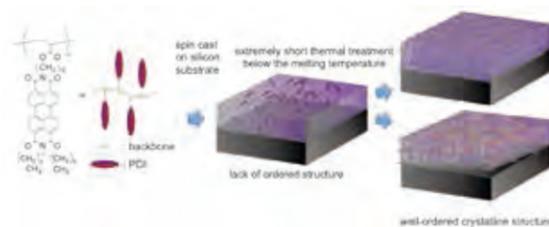


Figure 1. Schematic illustration of PAC12PDI.

### 3. 結果と考察

PAC12PDIのDSC曲線をFigure 2に示す。第二昇温過程において、433 K、483 K付近に吸熱ピーク、453 K付近に発熱ピークをそれぞれ観測した。また、WAXDの温度依存測定から、453 K付近で結晶化に伴う鋭い回折を観測し、さらにこの回折ピークは483 Kで完全

に消失した。これらの結果から、453 Kの発熱ピーク、483 Kの吸熱ピークはそれぞれ冷結晶化および融解に基づく結論づけた。この知見に基づき、冷結晶化に起因する発熱ピークと融点との間の温度に対応する463 Kで10分間熱処理を施しPAC12PDI試料の秩序化を試みた。DSC測定より発熱ピークが消失し、483 K付近の鋭い吸熱ピークのみを観測した。ポリマーの融解エントロピー( $\Delta H_p$ )をモノマーの( $\Delta H_m$ )で除することにより熱処理前後におけるPAC12PDIの相対的な秩序化率の比較検討を行った。熱処理前の試料はその値が40%程度であるのに対し、熱処理を施した試料では80%程度に増加した。Figure 3は熱処理後のAC12PDIモノマーおよびPAC12PDIポリマーの偏光顕微鏡像である。モノマーからは、三次元的な結晶構造に帰属される数10  $\mu\text{m}$ スケールの球晶が観測された。一方、モノマーと比較して著しく小さなドメインからなる球晶がポリマー試料中で観察された。この結果は、主鎖の存在は結晶成長方向には影響を及ぼさない一方で、球晶のドメインの大きさおよびその欠陥に大きな影響を及ぼすことを意味している。融点温度以下である463 Kで10分間熱処理を施したPAC12PDI膜のGIWAXD像をFigure 4に示す。結晶化に起因する明瞭な回折斑点をIP上に、 $\pi$ - $\pi$ 相互作用の距離に対応する回折をFPD上の赤道および子午線方向にそれぞれに観測した。これらの結果からPAC12PDIはシリコン基板上で脱ぬれすることなく、膜内部において $a = 2.36 \text{ nm}$ 、 $b = 5.24 \text{ nm}$ 、 $\gamma = 95^\circ$ からなる単斜晶を形成し、さらに基板に対して芳香環面が垂直および水平に配向した微結晶が混在していると結論づけた。また、基板に対して垂直および水平に配向した微結晶の存在比は垂直：水平 = 97:3であることを明らかにした。

### 【参考文献】

- 1) Chen Li, Henrike Wonneberger, *Adv. Mater.* **24**, 613-636 (2012).
- 2) Peter kohn, Lilit Ghazaryan, Gaurav Gupata, Micheael Sommer, Andre Wicklein, Mukundan Thelakkat, Thomas Thurn-Albrecht, *Macromoleculs.* 5676-6583 (2012).

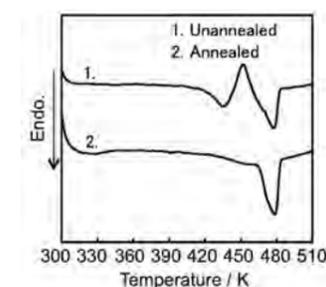


Figure 2. DSC chart of PAC12PDI.

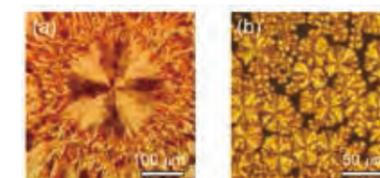


Figure 3. POM images of a) monomer and b) polymer.

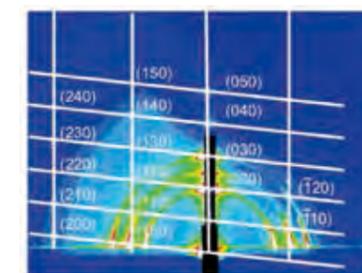


Figure 4. GIWAXD result of PAC12PDI.

2014A7224、2014B7274

BL03XU

## 血液適合性ブロック共重合体の凝集構造

九大院工<sup>1</sup>・九大分子国際教育センター<sup>2</sup>・DIC(株)<sup>3</sup>張 翠<sup>1</sup>・織田ゆかり<sup>1</sup>・川口大輔<sup>2</sup>・小池淳一郎<sup>3</sup>・田中敬二<sup>1</sup>

### 1. 緒言

高分子材料の高度な機能制御には、その構造と物性の理解に基づく緻密な分子設計が求められる。我々はこれまでに、オキシエチレン側鎖を有するポリビニルエーテル(POEVES)ブロック共重合体の形成する膜表面が、水環境下において優れた血小板粘着抑制挙動を示すことを見出した。このブロック共重合体の界面特性を解明するには、バルクにおける凝集構造とその環境依存性を理解することが重要である。そこで本研究では、微小な電子密度差の検出に有効である放射光を光源とした小角X線散乱(SAXS)測定に着目し、ブロック共重合体の大気中ならびに水中における凝集構造の解明を目指した。

### 2. 実験

側鎖置換基の異なる OEVEs として、2-メトキシエチルビニルエーテル(MOVE)および2-エトキシエチルビニルエーテル(EOVE)に着目し、シクロヘキシルビニルエーテル(CHVE)と組み合わせたブロック共重合体をリビングカチオン重合により合成した。PCHVEは室温でガラス状態にあり、フィルム形成のための成分である。Figure 1は、poly(CHVE-*b*-MOVE)[CbM; 数平均分子量( $M_n$ ) = 62.5 k、分子量分布( $M_w/M_n$ ) = 1.06、Mの体積分率( $\phi$ ) = 29%]

と poly(CHVE-*b*-EOVE)[CbE;  $M_n$  = 59.7 k、 $M_w/M_n$  = 1.09、Eの $\phi$  = 28%]の化学構造である。CbMならびにCbEのガラス転移温度( $T_g$ )は、示差走査熱量測定(DSC)に基づき評価した。試料の飽和含水量は、示差熱-熱重量同時測定(TG/DTA)に基づき見積もった。それぞれの自己支持膜を、試料のトルエン溶液から溶媒キャストによって調製し、333 Kで5時間減圧乾燥した。CbMおよびCbEのバルクにおける凝集構造は、SPRING-8、BL03XUのSAXS測定によって評価した。SAXS測定は、波長0.1 nmのX線を光源に、イメージングプレート(RIGAKU-AXIS)を検出器に用い、乾燥後の膜(dry film)と水に3時間浸漬させた膜(wet film)に対し、X線を膜厚方向に照射して行った。

### 3. 結果と考察

DSC測定の結果、CbMにおいては218 Kと328 Kで、また、CbEにおいては223 Kと331 Kでベースラインのシフトが観測された。これらの温度はそれぞれ、MまたはE成分、C成分の $T_g$ に対応することから、これらブロック共重合体はバルク中で相分離しているといえ

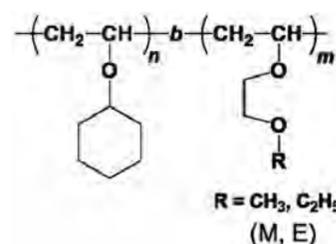


Figure 1. Chemical structure of CbM (R = CH<sub>3</sub>) and CbE (R = CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>).

る。Figure 2は、CbMならびにCbEの乾燥後および水浸漬後におけるTG/DTA測定結果である。CとE成分は水に不溶であり、M成分は水に可溶である。CbMは乾燥後も若干吸湿しており、水浸漬後は22.7 wt%の水を含有することが明らかとなった。一方、CbEの場合、水浸漬後の含水率は7.3 wt%であった。これらの違いは、MとE成分の水への溶解性の差で説明できる。

Figure 3は、CbMならびにCbEの乾燥後および水浸漬後におけるSAXSプロファイルである。両試料ともに明確な散乱ピークが複数観測された。CbMの場合、一次ピークと二次ピークが観測された散乱ベクトル $q$ の比は1:√3であり、水浸漬に依存しなかった。この結果は、CbMは含水率に依存せずバルク中でシリンダー構造を形成することを示している。一次ピークから算出したドメイン間隔Dは、乾燥後で40 nm、水浸漬後は56 nmであった。これはM成分への水の収着によるものと考えられる。一方、CbEの場合、散乱パターンは水浸漬前後でほと

んど変化しなかった。ピーク位置における $q$ の比はいずれも1:2であったことから、CbEはバルク中でラメラ構造を形成することが明らかである。Dは水浸漬前後で、それぞれ、37および40 nmであった。したがって、CbEのバルク中における凝集構造は水中においてもほとんど変化しないと結論できる。

### 【参考文献】

- 1) C. Zhang, Y. Oda, D. Kawaguchi, S. Kanaoka, S. Aoshima, and K. Tanaka, *Chem. Lett.*, **44**, 168 (2015).

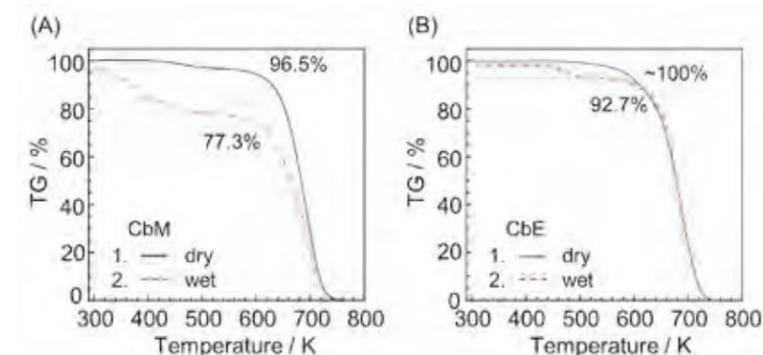


Figure 2. TG curves for (A) CbM and (B) CbE at dry and wet states.

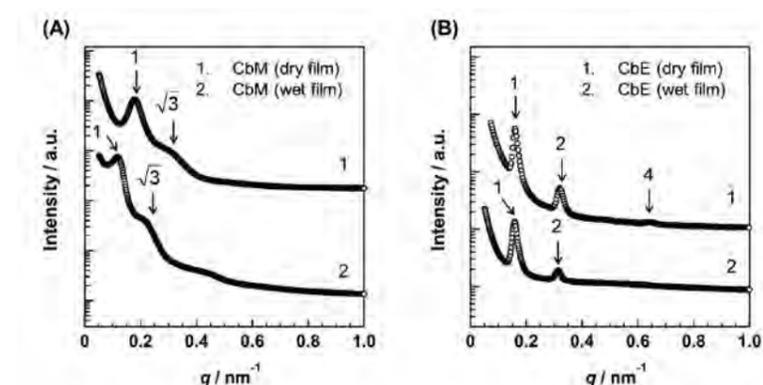


Figure 3. SAXS profiles obtained for (A) CbM and (B) CbE at dry and wet states.

2014A1851、2014B2011

BL03XU

## GISAXSとCT法を組み合わせた高分子表面・界面の可視化

京都大学<sup>1</sup>・京都工芸繊維大学<sup>2</sup>・九州大学<sup>3</sup>・関西学院大学<sup>4</sup>・東北大学<sup>5</sup>小川紘樹<sup>1</sup>・西川幸宏<sup>2</sup>・竹中幹人<sup>1</sup>・小椎尾謙<sup>3</sup>高原淳<sup>3</sup>・金谷利治<sup>1</sup>・藤原明比古<sup>4</sup>・高田昌樹<sup>5</sup>

## 1. 緒言

GISAXS法は、薄膜材料に対してX線をすれすれに入射することで散乱体積を稼ぎ、反射X線との干渉によって信号増強された小角散乱を得る手法である。これにより薄膜内部の詳細な構造情報を得ることができるため、非常に強力な構造解析手段として盛んに研究・利用が進んでいる。しかしながら、得られる散乱パターンでは、散乱・反射・屈折を考慮する必要があるため、解析が困難であることが現状の問題となっている。加えて、試料表面上におけるフットプリントが大きくなることから、マイクロビームを用いた局所構造測定も困難となる。そのため、GISAXS法による面内の微細な構造の解析は、現状では非常に難しい状況である。

これらの課題を解決するために、GISAXSにコンピュータ断層撮影(CT)法を組み合わせる考えに至った。GISAXSで得られる散乱パターンは拡がったフットプリント全体の積分値であり、これは1次元の積分とみなすことができる。一方、CT法は被写体を通過するX線などの吸収の1次元積分値から断面像を再構成する技術である。これらを組み合わせれば、フットプリントイメージとして再構成でき、得られるフットプリントイメージは、散乱パターンの特定の $q_x$ 、 $q_y$ での強度を画像強度としたものになる。逆に考えると、散乱パターンの特定の位置の強度が試料のどの位置に由来するものか直接的な情報として得ることができる。これはGISAXSデータの解析を非常に容易にする。また本測定は一次元スキャンだけで済むため、従来の放射光X線CT法と比較して、測定時間も大幅に短縮される。

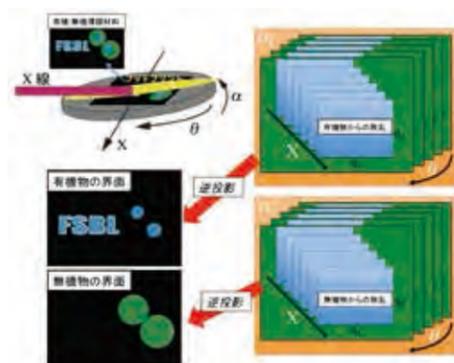


Figure 1. GISAXSとCT法を組み合わせたイメージングの再構成手順。

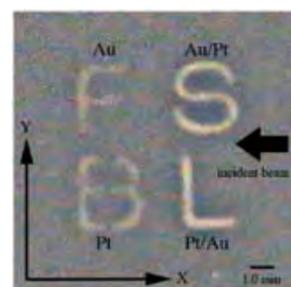


Figure 2. Si基板上にAu, Au/Pt, Pt, Pt/Auを蒸着した測定使用の顕微鏡像

## 2. 実験

実験は、SPring-8、BL03XU、第1ハッチ<sup>1)</sup>で行った。試料は、真空スパッタリング法で表面に金、金/白金、白金、白金/金を“F”、“S”、“B”、“L”の文字の形に蒸着したシリコン基板である(Figure 2)。文字の大きさは3.0 mm角、線の

太さは0.20 mmである。このシリコン基板に、波長0.1 nm、試料位置でのビームサイズ横200 μm × 縦100 μmのX線を角度0.2°で入射し、散乱像を試料から1800 mmの距離にあるX-ray image intensifier with a cooled CCD (II + CCD) (Hamamatsu Photonics, V7739P+ORCA R2、ピクセルサイズ64 μm × 64 μm、ピクセル数1344 × 1024 pixel)で測定した。この時のフットプリントは、ビームの進行方向と平行方向において28.6 mmに伸びているため、試料に対して全浴である。検出器は、露光時間500 msで二次元像を測定した。測定手順は、試料をX線とは垂直方向のY軸方向に相対的な距離の20 mmを水平方向のビームサイズと同じ100 μmの分解能でスキャンした後、試料を3°回転し、再度Y軸方向をスキャンした。この手順で、角度を0°から180°まで測定した。

## 3. 結果と考察

全面に金を蒸着したシリコン基板表面には、平均14 nmの間隔で微粒子が分散していることがFE-SEM像で確認された。この基板のGISAXS像には、 $q_y = 0.45 \text{ nm}^{-1}$ 近傍に散乱ピークが出現した[Figure 3(a)]。このピークは、粒子間干渉による散乱ピークである。Figure 4(f)に試料のGISAXS像を示す。Figure 4(a)～(e)はそれぞれFigure 4(f)中の位置(a)～(e)の強度から再構成された像である。たとえば、金蒸着膜の散乱ピーク位置と同じ位置(a) ( $q_y = 0.45 \text{ nm}^{-1}$ )の散乱強度をビーム位置に対して示すと、金で蒸着された“F”の文字が再構成された。位置(b)は金/白金の散乱ピーク位置であり、その強度からは金/白金で蒸着された“S”の文字が再構成された。 $q_x$ 、 $q_z$ ともに大きな位置(d)の強度からはすべての各文字が再構成された。これにより、広角側の散乱は、すべての蒸着膜からの散乱であることが示唆された。位置(e)は非鏡面反射光であり、その強度からはすべての文字が再構成された。

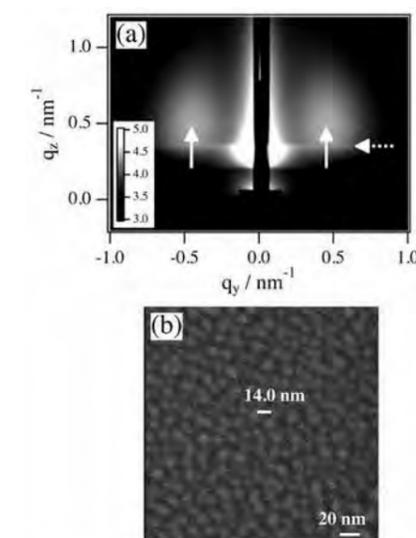


Figure 3. 金蒸着膜のGISAXS像(a)とFE-SEM像(b)

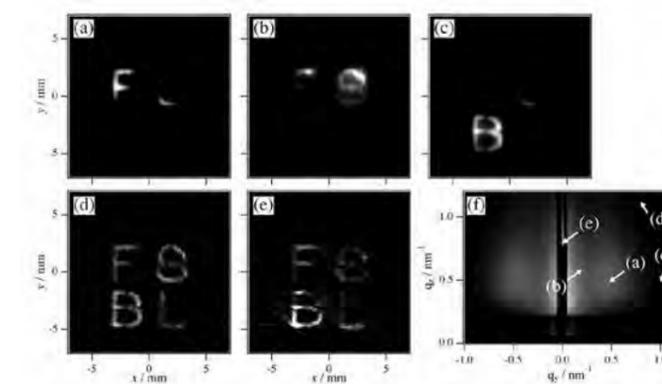


Figure 4. (a)-(e) 各qの位置において再構成した像と(f) 2次元GISAXS像

## 【参考文献】

1) H. Ogawa. *et al.*, *Polym. J.*, **45**, 109-116 (2013).

2010年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
船城 健一	東洋紡績株式会社 総合研究所 コーポレート研究所 分析センター	企業における放射光の活用事例と解析の実際	なし		口頭/ ポスター発表	平成22年度シンクロtron光 利用者研究会小角散乱グループ 第3回利用者研究会	2011/3/1	2010A7222	
船城 健一	東洋紡績株式会社 総合研究所 コーポレート研究所 分析センター	有機材料の構造と物性 ～放射光を用いた解析事例～	なし		口頭/ ポスター発表	物質構造解析研究会 第3回討 論会	2011/3/4	2010B7268	
北出 慎一 飛鳥 一雄 櫻井 和朗 秋葉 勇	日本ポリケム 日本ポリプロ 北九州市立大	融点近傍・定常剪断下におけるポリプロピレ ンの構造形成のその場観察	なし	19878	口頭/ ポスター発表	第59回高分子討論会	2010/ 9/15～9/17	2010A7231	北出 慎一 飛鳥 一雄 櫻井 和朗 秋葉 勇
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所	Static and Dynamic Scattering from Polysulfobetaine Immobilized on Silica Nanoparticle in Ionic Liquid	あり		プロシーデ ィングス	Journal of Physics: Conference Series		2010A7220	菊池 守也 寺山 友規 星野 大樹 小林 元康 小川 結樹 増永 啓康 高原 淳
妹尾 政宣	住友ベークライト㈱	放射光を利用したナノ粒子高充填ネットワ ークの分散構造の解明	あり		口頭/ ポスター発表	第60回ネットワークポリマー 討論会	2010/10/13	2010B7266	妹尾 政宣
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	Structure Analysis of Phenolic Resin by Small- Angle Neutron and X-ray Scattering 小角中性 子およびX線散乱法によるフェノール樹脂の 構造解析	あり		口頭/ ポスター発表	高分子討論会	2010 9/15～9/17	2010A7218	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
妹尾 政宣	住友ベークライト㈱	シリカの規則配列構造を利用した構造発色透 明基板の創製	あり		口頭/ ポスター発表	第19回ポリマー材料フォーラム	2010/12/2	2010B7266	妹尾 政宣 佐藤 健太
篠原 佑也	東京大学大学院 新領域創成科学研究 科 物質系 住友ゴムグループ	Dynamics of Nanoparticles in Vulcanized Rubber 加硫ゴムにおけるナノ粒子のダイナミクス	なし		学位論文	東京大学 卒業論文		2010B7264	井上伊知郎 篠原 佑也 雨宮 慶幸 岸本 浩通
篠原 佑也	東京大学大学院 新領域創成科学研究 科 物質系 住友ゴムグループ	Microscopic Observation of Aging of Silica Particles in Unvulcanized Rubber	なし	17882	原著論文	誌名: Macromolecules 巻: 43 号: 22 発行年: 2010 頁: 9480-9487		2010A7217	篠原 佑也 岸本 浩通 八木 直人 雨宮 慶幸
篠原 佑也	東京大学大学院 新領域創成科学研究 科 物質系 住友ゴムグループ	Study of Aging Behavior of Filled Rubber by using X-ray Photon Correlation Spectroscopy	なし	18638	口頭/ ポスター発表	日本放射光学会年会・放射光科 学合同シンポジウム	2011 1/8～1/11	2010A7217	篠原 佑也 岸本 浩通 雨宮 慶幸
篠原 佑也	東京大学大学院 新領域創成科学研究 科 物質系 住友ゴムグループ	Structure and Dynamics of Liquid-Crystalline Composite	なし	18639	口頭/ ポスター発表	日本放射光学会年会・放射光科 学合同シンポジウム	2011 1/8～1/11	2010A7217 2010B7264	Zhong Xu 篠原 佑也 井上伊知郎 雨宮 慶幸
鳥飼 直也	三重大学大学院 工学研究科	1)ブロック共重合体/シリカ混合系の相分離 挙動 2)シリカー-高分子複合体中の相互作用 による薄膜凝集構造の制御	なし		口頭/ ポスター発表	東海高分子研究会講演会	2010 9/3～9/4	1)2010A7208 2)2010A7206	
田頭 克春	サンアロマー㈱ 昭和電工グループ	特許出願 2011-038249	なし				2011/2/24	2010B7261	
待永 広宣	日東電工㈱	Simultaneous Stress-Strain-Resistance Measurement of PET/ITO Film during Tensile Stretching with Synchrotron Radiation	なし	18710	口頭/ ポスター発表	春季 応用物理学関係連合講演 会	2011 3/24～3/27	2010A7224 2010B7270	待永 広宣 佐々木恵梨 水池 教子 武田 雄希 下北 啓輔 宮崎 司
小林 貴幸	三菱レイヨングル ープ	張力下における炭素繊維の構造変化と力学モ デル	なし	18721	口頭/ ポスター発表	炭素材料学会 年会	2010 12/1～12/3	2010A7233	小林 貴幸 角谷 和宣 田代 孝二
佐藤 健太	住友ベークライト㈱	Molecular Orientation and the X-ray Structure Analysis by the Extension of the Polypropylene Film ポリプロピレンフィルムの延伸による分子配 向とそのX線構造解析	なし	20151	口頭/ ポスター発表	エラストマー討論会	2010 12/2～12/3	2010B7266	佐藤 健太 妹尾 政宣
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	Characterization of Surface Microstructures on Bio-based Polymer Film Fabricated with Nano- imprint Lithography	なし		ポスター発表	Korea-Japan Forum 2010 on Organic Materials for Electronics and Photonics (KJF2010)	2010 8/22～8/25	2010A7239	小池淳一郎 星野 大樹 篠原 貴道 白波瀬朋子 村上 大樹 菊池 守也 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	ナノインプリント法によるポリ乳酸フィルム への表面微細周期構造の形成と散乱法・顕微 鏡手法を用いた精密構造評価	なし		ポスター発表	第59回高分子討論会	2010 9/15～9/17	2010A7239	小池淳一郎 星野 大樹 篠原 貴道 白波瀬朋子 村上 大樹 菊池 守也 高原 淳

2010年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
高原 淳	九州大学先端物質化学 研究所 DICグループ	ナノインプリント法により表面微細構造を付 与したポリ乳酸薄膜の顕微・散乱手法による 精密構造解析	なし		ポスター発表	第19回ポリマー材料フォーラム	2010 12/2～12/3	2010A7239	小池淳一郎 星野 大樹 篠原 貴道 白波瀬朋子 村上 大樹 菊池 守也 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学先端物質化学 研究所 DICグループ	高分子材料上に形成したナノインプリント構 造の小角X線散乱による評価	なし		ポスター発表	第24回放射光学会年会	2011 1/7～1/10	2010A7239	小池淳一郎 星野 大樹 篠原 貴道 白波瀬朋子 村上 大樹 菊池 守也 堀米 操 高原 淳
鳥飼 直也	三重大学 (クラレグループ)	1)ブロック共重合体/シリカ混合系の相分離 挙動 2)シリカー-高分子複合体中の相互作用による 薄膜凝集構造の制御	なし		口頭発表	東海高分子研究会講演会	2010 9/3～9/4	2010A7208 2010A7206	

2011年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
北出 慎一	日本ポリケム㈱ (三菱化学グループ)	The shear-induced structures and rheological properties of Long chain branched polypropylene near melting temperature 長鎖分岐ポリプロピレンの融点近傍での剪断誘起構造と粘弾性	なし	19882	口頭発表	第6回次世代ポリオレフィン総合研究会	2011 8/4~8/5	2010A7231	北出 慎一
北出 慎一	日本ポリケム㈱ (三菱化学グループ)	Shear Induced crystallization of long chain branched polypropylene	なし	19884	口頭発表	高分子討論会	2011 9/28~9/30	2010B7275 2011A7221	北出 慎一 飛鳥 一雄 秋葉 勇 櫻井 和朗
菊地 守也	九州大学 (デンソーグループ)	Static and Dynamic Scattering from Polysulfobetaine Immobilized on Silica Nanoparticle in Ionic Liquid	なし	18377	原著論文	Journal of Physics: Conference Series	2011	2010A7220	菊地 守也 寺山 友規 星野 大樹 小林 元康 小川 結樹 増永 啓康 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
中沢 寛光	関西学院大学	Structural Analysis of Human Stratum Corneum by Electron and X-ray Diffraction	なし	18826	口頭/ポスター発表	第2回 コスメティクスジャパン化粧品技術フォーラム	2011 6/29~7/1	2010B7252	中沢 寛光 加藤 知 今井 友裕 八田 一郎
待永 広宣	日東電工㈱	In-situ Stress Analysis of ITO Film during Tensile Stretching with Synchrotron Radiation and Fracture Mechanism 放射光によるITOフィルム引張過程の応力解析と破断機構	なし	19563	口頭/ポスター発表	秋季 応用物理学会学術講演会	2011 8/29~9/2	2010B7270	待永 広宣 木恵梨 水池 敦子 武田 雄希 下北 啓輔 宮崎 司
村上 大樹	九州大学 (東洋紡績グループ)	In situ GISAXS of Structure Formation of Block-Copolymer on Solvent Evaporation Process 高分子溶液蒸発過程での構造形成のその場観測	なし	20380	口頭/ポスター発表	PF研究会「GISAXS法の展開」	2011 9/5~9/6	2010A7222	村上 大樹 松隈 大輔 星野 大樹 村瀬 浩貴 船城 健一 小川 結樹 陣内 浩司 高原 淳
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Highly Perpendicular Orientation of Hydrophilic Cylindrical Microdomains in Polystyrene-b-poly(4-hydroxyl styrene)/PEG Blend Thin Film	なし	20455	口頭/ポスター発表	The 12th Pacific Polymer Conference	2011 11/13~11/17	2010A7225 2010B7271 2011A7217	山本 勝宏 大矢 聡 櫻井 伸一 宮崎 司
岡田 聖香	広島大学 (ブリヂストングループ、昭和電工グループ)	Elongational Crystallization of Isotactic Polypropylene Forms Nano-oriented Crystals with Ultra-High Performance	なし	20677	招待講演	高分子学会 年次大会	2011 5/25~5/27	2010B7262 2010B7272	岡田 聖香 彦塚 正道
岡田 聖香	広島大学 (ブリヂストングループ、昭和電工グループ)	Novel Morphology of Nano-oriented Crystals Crystallized by Extreme Melt-elongation 極限的な融液伸長で結晶化する新形態・ナノ配向結晶	なし	20678	招待講演	第26回 中国四国地区高分子若手研究会	2011 11/10~11/11	2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218 2011A7219	岡田 聖香
小林 貴幸	三菱レイヨン㈱	Stress-Induced Microstructural Changes and Crystallite Modulus of Carbon Fiber as Measured by X-ray Scattering	なし	20937	原著論文	Carbon	2012	2010A7233	小林 貴幸 角谷 和宣 藤江 正樹 藤井 泰之 田代 孝二
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	高性能・高品質タイヤの新材料開発技術「4D NANO DESIGN (フォーディーナノデザイン)」を確立ー 地球環境への配慮と安全・安心を両立するタイヤの開発を加速ー	あり		プレス発表		2011/12/11		
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	Characterization of Surface Microstructures on Bio-based Polymer Film Fabricated with Nano-imprint Lithography by Synchrotron Radiation Small Angle X-ray Scattering	なし		プロシーディングス	IOP Conference Series: Materials Science and Engineering	2011	2010A7239	小池 淳一郎 星野 大樹 篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 増永 啓康 小川 結樹 菊地 守也 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	Chain Dimension of Polyampholytes in Solution and Immobilized Brush States	なし		原著論文	Polymer Journal 44	2012/1	2010A7239	菊地 守也 寺山 友規 石川 達也 星野 大樹 小林 元康 小川 結樹 増永 啓康 小池 淳一郎 堀米 操 石原 一彦 高原 淳

2011年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	Precise and Nondestructive Characterization of Surface Nano-structure on Polymer Film by Scattering Technique	なし		ポスター発表	The 2nd FAPS Polymer Congress (FAPS-PC2011)	2011 5/8~5/11	2010B7287	篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 星野 大樹 菊地 守也 増永 啓康 小川 結樹 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	ナノインプリント法により高分子固体表面上に形成した周期構造の小角X線散乱測定による精密構造解析	なし		口頭発表	第60回高分子年次大会	2011 5/25~5/27	2010B7287	篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 星野 大樹 菊地 守也 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	高分子薄膜に形成した'埋もれた'微細構造の散乱手法による精密構造評価	なし		ポスター発表	平成23年度繊維学会秋季研究発表会	2011 9/8~9/9	2010B7287	篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 星野 大樹 菊地 守也 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	(高分子薄膜/ナノインプリント高分子)積層系における'埋もれた'微細構造の小角X線散乱測定による非破壊精密構造評価	なし		口頭発表	第60回高分子討論会	2011 9/28~9/30	2010B7287	篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 星野 大樹 菊地 守也 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学 先端物質化学研究所 DICグループ	Precise and Non-destructive Characterization of 'Buried' Nano-structure by Scattering Technique	なし		ポスター発表	12th Pacific Polymer Conference (PPC12)	2011 11/13~11/17	2010B7287	篠原 貴道 白波瀬 朋子 村上 大樹 星野 大樹 菊地 守也 増永 啓康 小川 結樹 小池 淳一郎 堀米 操 高原 淳
高原 淳	九州大学	Influence of Molecular Weight Dispersity of poly(2-(perfluorooctyl)ethyl acrylate)Brushes on Their Molecular Aggregation States and Wetting Behavior			原著論文	Macromolecules	2012/1/27		Hiroki Yamaguchi Moriya Kikuchi Motoyasu Kobayashi Hiroki Ogawa Hiroyasu Masunaga Osami Sakata Atsushi Takahara
佐藤 春実	関西学院大学	Multistep Crystallization Process Involving Sequential Formations of Density Fluctuations, "Intermediate Structures", and Lamellar Crystallites: Poly(3-hydroxybutyrate) As Investigated by Time-Resolved Synchrotron SAXS and WAXD	なし	21051	原著論文	Macromolecules 卷:45 号:1 発行年:2012 頁:313-328	2012	2010A7202 2011A7203	Guo Longhai Spegazzini Nicolas Sato Harumi Hashimoto Takeji Masunaga Hiroyasu Sasaki Sono Takata Masaki Ozaki Yukihiko
西田 理彦	東京大学 住友ベークライトグループ	Structural Analysis and Mechanical Properties of High Performance Nanocomposite Gels 高性能ナノコンポジットゲルの構造解析とカ学物性	なし	21174	原著論文	: Doctor Thesis (The University of Tokyo)	2011	2010B7266 2011A7212	西田 理彦
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SANS and SAXS Studies of Phenolic Resins	なし	21177	口頭/ポスター発表	1st Asia-Oceania Conference on Neutron Scattering	2011 11/20~11/24	2010B7266 2011A7212 2011B7261	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	フェノール樹脂硬化物における密度揺らぎの検証	なし	21179	口頭/ポスター発表	第61回 ネットワークポリマー講演討論会	2011 10/12~10/14	2010B7266 2011A7212	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
松野 寿生	九州大学 DICグループ	Mechanical Properties and Molecular Chain Orientation of Deoxyribonucleic Acid Solid Films DNA固体フィルムの引張特性と分子鎖配向挙動	なし	21306	口頭/ポスター発表	日本化学会 春季年会	2012 3/26~3/29	2011B7279	Matsuno Hisao Zhan Jie Koike Junichiro Horigome Misao Ogawa Hiroki Masunaga Hiroyasu Tanaka Keiji
平井 智康	九州大学 DICグループ	Aggregation Structure of Polymer with Liquid Crystal Side Chain 側鎖液晶高分子の膜凝集構造	なし	21309	口頭/ポスター発表	日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム	2012 1/6~1/9	2011A7233	Hirai Tomoyasu Osumi Syota Ogawa Hiroki Masunaga Hiroyasu Tanaka Keiji

2011年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
春藤 淳臣	九州大学 DICグループ	側鎖型誘起キラル高分子の膜凝集状態	なし	21310	口頭/ポスター発表	日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム	2012 1/6~1/9	2011A7233 2011B7279	Shundo Atsuomi Ikeda Takuya Fuji Yoshihisa Ogawa Hirok Masunaga Hiroyasu Tanaka Keiji
三原 諭	横浜ゴム	Ultra Small-Angle X-ray Scattering Study of Silica Flocculation in Filled Rubber	なし	21646	口頭/ポスター発表	Tire Technology EXPO 2012	2012 2/14~2/16	2010A7235 2010B7280 2011B7276	Mihara Satoshi Amino Naoya Takenaka Mikihiro Dierkes Wilma Noordermeer Jacques W. M.
田代 孝二	豊田工業大学	In the Simultaneous Measurement System of Synchrotron Small-angle and Wide-angle X-ray Scatterings and Vibrational Spectra for Analysis of Polymer Spherulite 高分子球晶の屈折率異方性と広角小角X線散乱パターンおよび二次元偏向顕微赤外スペクトルとの関わり	なし	21698	口頭/ポスター発表	日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム	2012 1/6~1/9		Tashiro Kohji Yamamoto Hiroko Yoshioka Taiyo Ragunatha Reddy Tran HaiNinh Masunaga Hiroyasu Woo Eamor M
池田 拓也	九州大学 DICグループ	側鎖誘起キラル高分子の合成とその薄膜凝集状態	なし		口頭/ポスター発表	九州大学工学部・卒業研究試問会	2012/3/2	2010B7288	池田 拓也
浅田 光則	株式会社クラレ	Advanced Characterization for Polymer Materials using SPRing-8		22157	口頭/ポスター発表	第139回 ポパール会	2012 1/27~1/28	2010B7260	浅田 光則
野田 実希	住友ベークライト(株)	異方性フィラーを充てんすることによるポリエチレングリコールの配向結晶化観察	あり	22177	口頭/ポスター発表	精密ネットワークポリマー第58回 若手シンポジウム	2012/3/9	2011A7211	野田 実希 小寺 賢 妹尾 政宣
	東レ(株)	放射光小角X線散乱による相分離挙動解析 Study of Phase Separation Behavior by Small Angle X-ray Scattering	あり	22313	口頭発表	第60回高分子学会年次大会	2011/5/25	2010B7269 2011A7215	野村圭一郎 小林 定之
	東レ(株)	放射光小角X線散乱による相分離構造解析 Study of Phase Separation Behavior by Synchrotron SAXS	あり	22318	ポスター発表	第20回ポリマー材料フォーラム	2011/11/24	2010B7269 2011A7215	野村圭一郎 小林 定之
佐藤 春実	関西学院大学	Time-Resolved Synchrotron SAXS and WAXD Studies on Morphological Evolutions of Poly(3-hydroxybutyrate) during Isothermal Crystallization	なし		口頭発表	The 12th Pacific Polymer Conference (PPC12)	2011/11/15	2010A7202 2011A7203	佐藤 春実 Guo Longhai Spegazzini Nicolas 尾崎 幸洋 橋本 竹治 増永 啓康 高田 昌樹 佐々木 園
鈴木 拓也	株式会社三菱化学科学技術研究センター (三菱化学グループ)	GI-SAXSを用いた有機薄膜太陽電池のナノ構造解析	あり		口頭発表	第60回高分子討論会	2011 9/28~9/30	2010A7230	赤井 俊雄 鈴木 拓也 小島 優子
岡本 泰志	株式会社デンソー	特願 2011-144330	なし		特許出願		2011/6/29	2010A7220 2010B7267	岡本 泰志
岡田 聖香	広島大学 (ブリヂストングループ、昭和電工グループ)	Nano-Oriented Crystals Formed by Extreme Melt-Elongation and its Nucleation Mechanism	なし	23629	口頭発表	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2011 8/1~8/5	2010A7228 2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218	岡田 聖香 彦坂 正道
彦坂 正道	広島大学 (ブリヂストングループ、昭和電工グループ)	Crystallization of Polymers under Super-Critical Elongational Strain Rate	なし	23707	招待講演	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2011 8/1~8/5	2010A7228 2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218	彦坂 正道 岡田 聖香
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	Surface Properties of a Polymer Film with Chirality Induced by Side-chain Ordering	なし	23632	口頭発表	第60回高分子討論会	2011 9/28~9/30	2010B7277 2011A7231	池田 拓也 宇野 弘基 春藤 淳臣 小池淳一郎 浅田 匡彦 堀米 操 小川 結樹 増永 啓康 君塚 信夫 田中 敬二
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	側鎖型液晶高分子の精密合成とその薄膜凝集構造	なし	23634	口頭発表	第60回高分子討論会	2011 9/28~9/30	2011A7231	大隅 祥太 平井 智康 小池淳一郎 浅田 匡彦 堀米 操 小川 結樹 増永 啓康 田中 敬二
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	側鎖型誘起キラル高分子の合成とその薄膜凝集状態	なし	23633	口頭発表	第48回化学関連支部合同九州大会	2011/7/9	2010B7277 2011A7231	池田 拓也 春藤 淳臣 小池淳一郎 浅田 匡彦 堀米 操 小川 結樹 増永 啓康 君塚 信夫 田中 敬二

2011年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
今井 友裕	関西学院大学	ヒト皮膚角層細胞間脂質膜の温度相転移	なし		ポスター発表	日本物理学会第67回年次大会	2012/3/24	2011A7202	中沢 寛光 加藤 知 今井 友裕
吉田 博久	首都大学東京 横浜ゴムグループ	金クラスターの二次元配列制御-金イオンドープナノシリンドラーのGISAXSによる観察-	あり		ポスター発表	高分子学会年次大会	2011 5/25~5/27	2011A7228	中川隆太郎 吉田 博久
吉田 博久	首都大学東京 横浜ゴムグループ	Structure Controlled Hexagonally Packed Cylinders for a Nano Reactor	あり		ポスター発表	6th International & 8th Japan-China Joint Symposium on Calorimetry and Thermal Analysis; CATS2011	2011 8/1~8/4	2011A7228	Ryutarou Nakagawa, Hirohisa Yoshida
吉田 博久	首都大学東京 横浜ゴムグループ	サイズ制御したナノ粒子合成場としての両親媒性ブロック共重合体のマイクロ相分離構造の配向制御	あり		口頭発表	第25回日本放射光学会	2012 1/6~1/9	2011A7228	吉田 博久 浅岡 定幸(京都工繊大) 川添 真幸(横浜ゴム)
岸本 浩通	住友ゴム工業(株)	2011年東京モーターショー	なし		展示会	2011年東京モーターショー	2011/12/1	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	住友ゴム工業(株)
岸本 浩通	住友ゴム工業(株)	住友ゴム プレスセミナー	なし		プレス発表	住友ゴム プレスセミナー	2011/12/12	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	住友ゴム工業(株)
岸本 浩通	住友ゴム工業(株)	新材料開発技術「4D NANO DESIGN」を確立	なし		プレス発表	住友ゴム ホームページ	2011/12/1	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	住友ゴム工業(株)
岸本 浩通	住友ゴム工業(株)	エナセーブ史上最も低燃費性能「エナセーブPREMIUM」新発売	なし		プレス発表	住友ゴム ホームページ	2011/12/1	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	住友ゴム工業(株)
岸本 浩通	住友ゴム工業(株)	高性能・高品質タイヤの新材料開発技術「4D NANO DESIGN (フォーディーナノデザイン)」を確立- 地球環境への配慮と安全・安心を両立するタイヤの開発を加速 -	なし		プレス発表	Spring-8 ホームページ	2011/12/12	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	住友ゴム工業(株) JASRI
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Solvent Annealing Induced Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Polystyrene-b-poly(4-hydroxyl styrene)/PEG Oligomer Blend Thin Film Made by Spin-coating from Selective Solvent	あり	18732	原著論文	誌名: Journal of Physics: Conference Series 巻: 272 号: 1 発行年: 2011 頁: 012015		2009B1103 2010A1180 2010A7225	松谷 泰斗
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体/オリゴマーブレンド薄膜の溶媒アニールによるシリンドラー状マイクロ相分離構造の垂直配向化	なし		ポスター発表	第25回日本放射光学会年会	2012 1/6~1/9	2010A1180 2010B7271 2011A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Highly Perpendicular Orientation of Hydrophilic Cylindrical Microdomains in Polystyrene-b-poly(4-hydroxyl styrene)/PEG Blend Thin Film	なし	20455	口頭発表	The 12th Pacific Polymer Conference	2011 11/13~11/17	2010A7225 2010B7271 2011A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Perpendicular Orientation Cylindrical Microdomain of Block Copolymers by Solvent Annealing	なし		口頭	Innovation in Polymer Science and Technology	2011 11/28~12/2	2010A1180 2010B7271 2011A7218	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Solvent Annealing Induced Highly Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Block Copolymer Thin Film and Fabrication of Hexagonally Arrayed Nano-channels	なし		招待講演	21st Academic Symposium of MRS-Japan 2011	2011 12/19~11/21	2010A1180 2010B7271 2011A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	選択溶媒キャスト法によるPS-b-PMA ジブロック共重合体のシリンドラー状マイクロドメインの膜面垂直配向挙動	なし		口頭	高分子年次大会	2011 5/25~5/27	2010A1180 2010B7272	櫻井 伸一 宮崎 司 藤川 雅道
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	両親媒性ジブロック共重合体/親水性オリゴマーブレンド薄膜のマイクロ相分離構造配向挙動の溶媒アニール効果	なし		口頭	高分子年次大会	2011 5/25~5/28	2010A1180 2010B7272	松谷 泰斗 大矢 智士 櫻井 伸一 宮崎 司
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Highly Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Polystyrene-b-poly(4-hydroxylstyrene)/PEG Oligomer Blend Thin Film	なし		ポスター発表	2nd International Symposium, Frontiers in Polymer Science, May 29-31, 2011 Centre de Congre, LYON, France	2011 5/29~5/31	2010A1180 2010B7272	松谷 泰斗 大矢 智士 櫻井 伸一 宮崎 司
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体/オリゴマーブレンド薄膜中のシリンドラー状マイクロ相分離構造の高度配向化 Highly Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Polystyrene-b-poly	なし		口頭	平成23年度繊維学会年次大会	2011 6/8~6/11	2010A1180 2010B7271	松谷 泰斗 大矢 智士 櫻井 伸一 宮崎 司
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	新ビームラインでの SAXS 展開: どのような先進的SAXSが利用可能なのか?	なし		招待講演	PF研究会「PFにおけるマイクロビームを利用したXAFS、XRF、SAXS実験の展望」	2011/9/1	2010A7217 2010B7264 2011A7210	篠原 佑也
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	選択溶媒キャスト法を用いたPS-b-PMAジブロック共重合体厚膜中のシリンドラー状マイクロドメインの膜面垂直配向挙動	なし		口頭	高分子討論会	2011 9/28~9/30	2010A1180 2010B7271 2011A7219	櫻井 伸一 宮崎 司 藤川 雅道
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ポリスチレン-b-ポリビドロキシステレンブロック共重合体/親水性オリゴマーブレンド薄膜の溶媒アニールによるシリンドラー状マイクロ相分離構造の垂直配向化	なし		口頭	高分子討論会	2011 9/28~9/31	2010A1180 2010B7271 2011A7220	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士

2011年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	GISAXSによる両親媒性ブロック共重合体薄膜中のシリンダー状相分離構造の高度垂直配向化観察	なし		依頼講演	第137回東海高分子研究会講演会	2011 9/2~9/3	2010A1180 2010B7271 2011A7221	櫻井 伸一 宮崎 司
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中のシリンダー状ミクロ相分離構造の高度垂直配向化	なし		依頼講演	PFにおけるマイクロビームを利用したXAFS,XRF,SAXSの実験の展望/GISAXS法の展開 合同PF研究会	2011 9/5~9/8	2010A1180 2010B7271 2011A7220	櫻井 伸一 宮崎 司
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	フィラー充填ゴムの放射光X線を用いた時空間構造解析	なし		招待講演	高分子基礎物性・高分子計算機科学合同研究会	2012/3/13	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	篠原 佑也
中沢 寛光	関西学院大学	特願 2012-071442			特許出願		2012/3/27	2010A7203	加藤 知 中沢 寛光
岸本 浩通	住友ゴム工業株	XPCS (X線光子相関分光法)による高分子ダイナミクスの計測と応用	なし		招待講演	第5回中性子ソフトマター研究会「産業利用を目指した中性子が拓くダイナミクス研究」	2012/3/28	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 雨宮 佐藤 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
佐藤 和彦	帝人株	放射光で測る高分子の高次構造	なし		口頭発表	日本分析化学会高分子分析研究懇談会第362回例会	2012/4/26	2010A7237 2010A7283	佐藤 和彦 杉本 健二
岸本 浩通	住友ゴム工業株	環境対応低燃費タイヤの新材料技術開発	なし		招待講演	SPRING-8施設公開 科学講演会	2012/4/30	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	岸本 浩通
高橋 功	関西学院大学	ナノ薄膜・表面・界面構造の創生と、迅速・超精密構造評価からなる正のサイクル・システムの構築	あり		研究成果報告書	平成19年度~平成23年度私立大学学術研究高度化推進事業「ナノ界面創生・評価サイクル研究センター」	2012/5		
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	1. Thermal Analysis for Nano-Science; Phase Transitions of Ultra-thin Samples	なし		招待講演	12th International Conference on Pharmacy and Applied Physical Chemistry	2012/5	2011A7228	吉田 博久
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	2. 長鎖1級アミン薄膜の構造と転移	なし		ポスター発表	第61回高分子学会年次大会	2012/5	2011A7228	江本 奏 吉田 博久 岩佐 真行
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	3. 両親媒性ブロック共重合体による金ナノ粒子の二次元配列と構造の制御	なし		ポスター発表	第61回高分子学会年次大会	2012/5	2011A7228	中川隆太郎 吉田 博久 岩佐 真行
伊藤 和太	住友ベークライト(株)	シリカ充填ポリジメチルシロキサン架橋体の放射光X線散乱による伸長同時観察 (2)	あり	22176	口頭/ ポスター発表	日本ゴム協会年次大会通常総会	2012 5/24~5/25	2011B7261	伊藤 和太 健太 妹尾 政宣 登坂 雅聡
高橋 信行	昭和電工株	耐環境性を有する有機・無機ハイブリッド材料の開発	なし	22799	口頭発表	高分子学会 年次大会	2012 5/29~5/31	2011A7208	高橋 信行
田代 孝二	豊田工業大学	Structure Analysis of Polyester and Nylon Spherulites Based on the Synchrotron Microbeam X-ray Scattering Measurements		21709	口頭/ ポスター発表	高分子学会 年次大会	2012 5/29~5/31		田代 孝二
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	DNAフィルムの分子鎖凝集構造と力学特性	なし	23637	口頭/ ポスター発表	第61回高分子学会年次大会	2012 5/29~5/31	2011B7279 2012A7228	松野 寿生 戦 捷 小池淳一郎 堀米 操 小川 結樹 増永 啓康 田中 敬二
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	楕円高分子の精密合成と凝集構造解析	なし	23636	口頭/ ポスター発表	第61回高分子学会年次大会	2012 5/29~5/31	2011B7279 2011B7280 2012A7228	平井 智康 酒井 篤 樋口 剛志 陣内 浩司 小池淳一郎 浅田 匡彦 小川 結樹 増永 啓康 田中 敬二
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中のシリンダー状ミクロ相分離構造の高度垂直配向化とナノチャンネル創製	なし		口頭発表	高分子学会 年次大会	2012 5/29~5/31	2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
佐藤 春実	関西学院大学	時間分解小角・広角X線散乱測定によるポリヒドロキシブタン酸の結晶化過程の研究	なし		ポスター発表	第61回高分子学会年次大会	2012/5/30	2011A7202 2011A7203	佐藤 春実 Guo Longhai Spegazzini Nicolas 尾崎 幸洋 橋本 竹治 増永 啓康 高田 昌樹 佐々木 園
佐藤 春実	関西学院大学	赤外分光法とX線回折法によるポリグリコール酸の結晶構造と熱挙動に関する研究	なし		ポスター発表	第62回高分子学会年次大会	2012/5/30	2011B7252 2012A7202	佐藤 春実 宮田 真衣 尾崎 幸洋
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	コヒーレントX線を用いた時空間階層構造の解析	なし		招待講演	コヒーレント放射光を利用した新しい高圧力科学研究会	2012/6/9	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	篠原 佑也
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	4. Molecular orientation and phase transition of micro phase separated thin film	なし		ポスター発表	14th International Conference on Organized Molecular Films (ICOMF14) - LB14	2012/7	2011A7228 2012A7224	Junhyeok Jang Masayuki Kawazoe Hirohisa Yoshida
高橋 功	関西学院大学	Novel molar mass effects of Poly(L-lactic acid) on crystallization of biodegradable Poly[3-hydroxybutyrate] in ultrathin polymer-blend	なし		口頭発表	16th International Conference on Solid Films and Surfaces	2012/7/5	2011B7254	高橋 功
岡田 一幸	株式会社リサーチセンター (東レグループ)	光散乱および放射光小角X線散乱による相分離挙動解析	なし		口頭発表	第50回高分子材料自由討論会	2012/7/10	2011A7215 2011B7265	野村圭一郎 小林 定之
野田 実希	住友ベークライト(株)	Observation of Crystal Orientation of Poly(ethylene glycol) Compositd with Cellulose Nanofiber	あり	22179	口頭/ ポスター発表	高分子研究発表会	2012/7/13	2011A7211 2011B7262	野田 実希 小寺 賢 妹尾 政宣
船城 健一	東洋紡株	高輝度放射光を用いた高分子構造の解析		22161	口頭/ ポスター発表	第57回高分子夏期大学	2012/7/18	2011B7264	船城 健一

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	Effect of Interface between Carbon Black and NBR/SBR on Structures of NBR/SBR/CB Thin Film	なし		口頭発表	15th International Congress on Thermal Analysis and Calorimetry	2012/8	2011A7226 2012A7226	J. Jang M. Kawazoe H. Yoshida
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	Effect of Thickness on Phase Transitions of Alkyl Alcohol Thin Membranes	なし		ポスター発表	15th International Congress on Thermal Analysis and Calorimetry	2012/8	2011A7228 2012A7224	K. Emoto M. Iwasa H. Yoshida
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	長鎖アルキルアミン薄膜の相転移	なし		口頭発表	第48回熱測定討論会	2012/8	2011A7228 2012A7224	江本 奏 柿本 詩織 岩佐 真行 吉田 博久
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	カーボンブラックを含むゴムブレンド溶液の相平衡	なし		口頭発表	第48回熱測定討論会	2012/8	2011A7226 2012A7226	張 峻赫 国分 博一 吉田 博久 川添 真幸
桜井 孝至	住友化学㈱	マイクロビームX線を用いた射出成型ポリプロピレンの熱処理過程のその場観察	なし		口頭発表	第7回次世代ポリオレフィン総合研究会	2012/8/9	2010A7216 2010B7263	
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	コヒーレンスを用いた非晶質試料のダイナミクス解析	なし		招待講演	放射光将来光源利用サイエンス若手シンポジウム	2012/8/18	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	清家 はるか 篠原 佑也 岸本 浩通 為別 雄祐 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	ナノ粒子階層構造制御による低燃費タイヤ用ゴム材料の開発	なし			SPring-8 シンポジウム2012	2012/8/25	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ポリメタクリル酸メチル-b-ポリアクリル酸ヘキサシルブロック共重合体薄膜中のシリンダー状ミクロ相分離構造の配向挙動	なし		ポスター発表	第138回東海高分子研究会講演会	2012/8/31~9/1	2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 小原 光詞
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	Control of size and two dimensional ordering of Au nano-particle using block copolymer thin film	なし		ポスター発表	6th International Conference on Gold Science Technology and its Applications	2012/9	2011A7226 2012A7226	Ryutaro Nakagawa Kotaroo Takahashi Hirohisa Yoshida
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	カーボンブラックを含む非晶性ゴムブレンドが形成する規則構造	なし		口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9	2011A7226 2012A7226	張 峻赫 川添 真幸 吉田 博久
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	長鎖1級アミン薄膜の構造解析	なし		ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9	2011A7228 2012A7224	江本 奏 岩佐 真行 吉田 博久
野田 実希	住友ベークライト㈱	ポリエチレンオキサイド配向結晶化に対する異方性フィラーの添加効果	あり	22178	口頭/ポスター発表	第8回日本接着学会関西支部若手の会	2012/9/3	2011A7211 2011B7262	野田 実希 小寺 賢 妹尾 政直
今井 友裕	関西学院大学	Difference in Temperature-dependent Structural Change between Human Corneocyte Cells	なし		ポスター発表	53th International Conference of the Bioscience of Lipids	2012/9/3	2010B7252	中沢 寛光 今井 友裕 加藤 知
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	タイヤ開発におけるシミュレーション活用事例-新材料開発技術「4D NANO DESIGN」について	なし		口頭発表	日本機械学会関西第88期第2回支部専門部会	2012/9/4	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	内藤 正登
佐藤 和彦	帝人㈱	放射光による高分子成型体の高次構造評価手法の開発 ~延伸によるPENフィルムの結晶構造変化解析~	なし		ポスター発表	第9回SPring-8 産業利用報告会	2012/9/7	2010A7237 2010A7283	佐藤 和彦 杉本 健二
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	中性子・X線を用いた非架橋高分子の分子構造解析	なし		ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/11	2010B7264	岡下 亮 岸本 浩通 井上倫太郎 金谷 利治
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	2D-USAXS法によるシリカ充填ゴムの階層構造と物性	なし		ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/11	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 岡下 亮 篠原 佑也 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	New "4D Nano Design" Material Development Technology	なし		口頭発表	ITEC2012	2012/9/12	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	内藤 正登
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	USAXSデータに基づく大規模シミュレーションによる低燃費タイヤ用ゴム材料の設計開発	なし		招待講演	第1回RSC (理化学研究所 放射光科学総合研究センター) / CMSI (計算物質科学イニシアティブ) 合同セミナー	2012/9/15	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	高輝度放射光を用いた先端的な小角X線散乱で見るソフトマターの階層構造とダイナミクス	なし		招待講演	第61回高分子討論会	2012/9/19	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	清家 はるか 篠原 佑也 半田 昌史 井上伊知郎 岸本 浩通 為別 雄祐 雨宮 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	異常小角X線散乱法による加硫スチレンブタジエンゴムにおける硫黄分散性の評価	なし		口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9/19	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	雨宮 慶幸 篠原 佑也
佐藤 春実	関西学院大学	振動分光法・X線回折法・量子化学計算によるポリグリコール酸の結晶構造と熱挙動の研究	なし		ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/19	2011B7252 2012A7202	佐藤 春実 宮田 真衣 山本 茂樹 尾崎 幸洋
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	Inhomogeneity of Cross-Linked Phenolic Resins	あり	22168	口頭/ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2012A7211	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
鎌田 洋平	㈱クラレ	両親水性ブロック共重合体薄膜の膨潤過程における秩序構造形成	なし	22791	口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2011B7256 2012A7207	鎌田 洋平
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Control of Orientation of Phase Separated Cylindrical Microdomain in Block Copolymers	なし	25061	招待講演	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7216	櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	DNA固体膜の分子鎖凝集構造と延伸特性	なし	23641	口頭/ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2011B7279 2012A7228	松野 寿生 戦 捷 小池淳一郎 堀米 操 小川 結樹 増永 啓康 田中 敬二
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体/親水性オリゴマーブレンド薄膜の良溶媒アニールに誘起されたモルフォロジー転移によるシリンダー状ミクロ相分離構造の高度垂直配向化	なし		口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7216	櫻井伸一 宮崎司 大矢智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ポリメタクリル酸メチル-b-ポリアクリル酸ヘキサシルブロック共重合体薄膜中の溶媒アニールによるシリンダー状ミクロ相分離構造の配向制御	なし		ポスター発表	第61回高分子討論会	2012/9/19~9/21	2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 小原 光詞
佐藤 春実	関西学院大学	SAXS/WAXD Study of Composition Fluctuations, Cold-Crystallization, and Melting in Cellulose Acetate Butyrate and Poly(3-hydroxybutyrate) blends	なし		口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9/20	2010B7253	佐藤 春実 Nattaporn Suttiwijitukdee 橋本 竹治 尾崎 幸洋
佐藤 春実	関西学院大学	振動分光法および小角X線散乱法を用いたジェランガムのゲル化過程に関する研究	なし		口頭発表	第61回高分子討論会	2012/9/20	2011B7252	佐藤 春実 山窪田 健二 尾崎 幸洋
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	[4D NANO DESIGN] 技術説明	なし		プレスリリース	住友ゴム環境対応タイヤ技術セミナー	2012/9/20	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通
高橋 功	関西学院大学	単分散ポリスチレン超薄膜のガラス転移緩和特性に対する基板効果	なし		口頭発表	日本物理学会2012年秋季大会	2012/9/21	2012A7204	高橋 功 鬼塚 玲奈 石本 結平 楊 春明
中沢 寛光	関西学院大学	Breakthrough for Unresolved Structural Problems in Skin Function by Combined Use of X-ray and Electron Diffraction Methods	なし		口頭発表	第50回日本生物物理学会年会	2012/9/22	2012A7203	加藤 知 中沢 寛光 八田 一郎
岡田 一幸	㈱東レリサーチセンター (東レグループ)	Structure Development of Polymerization Induced Phase Separation	あり	22319	口頭発表	IUMRS-International Conference on Electronic Materials (IUMRS-ICEM 2012)	2012/9/24	2011A7215 2011B7265	野村圭一郎 小林 定之
野村圭一郎	東レ(株)	In-situ investigation of nano-structural development in epoxy alloys	なし	22319	口頭発表	The 9th SPSJ International Polymer Conference(IPC2012)	2012/12/14	2011A7215 2011B7265	野村圭一郎 小林 定之
三田 一樹	三井化学㈱	Viscoelastic Properties of Ethylene Vinyl Acetate Copolymers	なし	22269	口頭/ポスター発表	日本レオロジー学会 レオロジー討論会	2012/9/26~9/28	2012A7219	八百板隆俊 狩野 武志 三田 一樹 伊崎 健晴 黒田 博之
小椎尾 謙	長崎大学	Simultaneous Small-Angle X-ray Scattering/Wide-Angle X-ray Diffraction Study of the Microdomain Structure of Polyurethane Elastomers during Mechanical Deformation	なし	21756	原著論文	Polymer Journal 巻: 43 号: 8 発行年: 2011 頁: 692-699		2010A7210	小椎尾 謙
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	Structural Analysis of Cured Phenolic Resins using Complementary Small-Angle Neutron and X-ray Scattering and Scanning Electron Microscopy	あり	21962	原著論文	Soft Matter 巻: 8 号: 32 発行年: 2012 頁: 8438-8445	2012	2010B7266 2011A7212 2011B7261	和泉 篤士 中尾 俊夫 岩瀬 浩紀 柴山 充弘
佐藤 春実	関西学院大学	Simultaneous Synchrotron SAXS/WAXD Study of Composition Fluctuations, Cold-Crystallization, and Melting in Biodegradable Polymer Blends of Cellulose Acetate Butyrate and Poly(3-hydroxybutyrate)	なし	22112	原著論文	Macromolecules 巻: 45 号: 6 発行年: 2012 頁: 2783-2795	2012	2010B7253 2011A7203	Sato Harumi Suttiwijitukdee Nattaporn Hashimoto Takeji Ozaki Yukihiko

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
高原 淳	九州大学 (DICグループ)	Orientation of Poly(vinyl alcohol) Nanofiber and Crystallites in Non-Woven Electrospun Nanofiber Mats under Uniaxial Stretching		22144	原著論文	Polymer 巻: 53 号: 21 発行年: 2012 頁: 4702-4708	2012	2011A7232	Yano Takahiro Takahara Atsushi Higaki Yuji Tao Di Murakami Daiki Kobayashi Motoyasu Ohta Noboru Koike Junichiro Horigome Misao Masunaga Hiroyasu Ogawa Hiroki Ikemoto Yuka Moriwaki Taro Takahara Atsushi
篠原 貴道	九州大学 (DICグループ)	Precise and Nondestructive Characterization of 'Buried' Periodic Nano-Structure by Synchrotron Radiation SAXS			口頭/ポスター発表	The 10th International Symposium on Polymer Physics PP'2012	2012		Takamichi Shinohara Daiki Murakami Taiki Hoshino Hiroyasu Masunaga Hiroki Ogawa Jun-ichiro Koike Masahiko Asada Atsushi Takahara
篠原 貴道	九州大学 (DICグループ)	Characterization of Nano-imprinted Structure on Polymer Film by Grazing-Incidence Small Angle X-ray Scattering			口頭/ポスター発表	The 2nd International GISAS Meeting (GISAS2012 Kyoto)	2012		Takamichi Shinohara Ryohei Ishige Daiki Murakami Taiki Hoshino Jun-ichiro Koike Masahiko Asada Hiroyasu Masunaga Hiroki Ogawa Atsushi Takahara
篠原 貴道	九州大学 (デンソー)	Precise Characterization of Molecular Aggregation State and 'Buried' Nano-structure in Ordered Heterojunction Organic Photovoltaics			口頭/ポスター発表	Seventh International Conference on Molecular Electronics and Bioelectronics (M&BE7)	2012		Takamichi Shinohara Taiki Hoshino Ryohei Ishige Yuji Higaki Yasushi Okamoto Takashi Aoki Hiroyasu Masunaga Hiroki Ogawa Atsushi Takahara
浅田 光則	㈱クラレ	Heterogeneous Lamellar Structure Near the Polymer/Substrate Interface	あり	22156	原著論文	Macromolecules 巻: 45 号: 17 発行年: 2012 頁: 7098-7106	2012	2011B7256	Asada Mitsunori Jiang N. Sendogdular L. Gin Peter Wang Y. Endoh M. K. Koga Tadanori Fukuto M. Schultz D. Lee M. Li X. Wang J. Kikuchi Moriya Takahara Atsushi
三田 一樹	三井化学㈱	Simultaneous Small- and Wide-Angle X-ray Scattering Studies on Crystallization Dynamics of Poly(4-methylpentene-1) from Melt	なし	23200	原著論文	Polymer Journal 45,79-86(2013)	2012	2010A7229 2010B7274 2011A7220 2011B7270	Kazuki Mita Hiroshi Okumura Kazuki Kimura Takeharu Isaki Mikihito Takenaka Toshiji Kanaya
岡田 一幸	㈱東レリサーチセンター (東レグループ)	Structural Analysis of Poly(ethylene terephthalate) during Uniaxial Drawing above the Glass Transition Temperature	あり	22853	原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 1 発行年: 2012 頁: 50-56	2013	2010A7223 2010B7269	Kazuyuki Okada Takui Higashioji Takeshi Nakagawa Hirohito Uchida Kentia Takahashi Rintaro Inoue Koji Nishida and Toshiji Kanaya
桜井 孝至	住友化学㈱	構造解析技術のポリプロピレン材料開発への適用	あり		社内報	住友化学 2012技術誌	2012	2011A7209 2011B7259	
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	新材料開発技術4D NANO DESIGNにおけるAbaqusの活用	なし		招待講演	2012 SIMULIA Customer Conference Japan	2012/10/16	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	内藤 正登
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	フェノール樹脂ゲル化過程の不均一性解析	なし	23313	口頭/ポスター発表	第62回ネットワークポリマー講演討論会	2012/10/17~10/19	2012A7211 2012B7262	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	ナノ粒子充填ゴムの時空間構造解析とシミュレーション応用 ~先端実験と大規模計算の応用に向けて~	なし		招待講演	東京大学物性研究所 計算物質科学研究センター 第2回シンポジウム	2012/10/22	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 間下 亮 増井 友美 篠原 佑也 雨宮 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	タイヤ材料の環境対応技術開発の取り組み	なし		招待講演	KRI クライアントコンファレンス&ワークショップ'12	2012/10/25	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 間下 亮 増井 友美 篠原 佑也 雨宮 慶幸
高橋 功	関西学院大学	生分解性ポリマー-PLLA/PDLAブレンド薄膜におけるStereocomplex体の熱的挙動	なし		口頭発表	平成24年度日本結晶学会年会	2012/10/25	2012A7204	高橋 功 中谷 貴司 大路 祐介 孫 曉麗
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	物質材料研究開発におけるマルチスケールの総合的理解 ~低燃費タイヤ開発を通じたマルチスケール問題~	なし		招待講演	JSTセミナー	2012/10/29	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 間下 亮 増井 友美 篠原 佑也 雨宮 慶幸
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	Thin Film Structure of Immiscible NBR/SBR Blend Including Carbon Black,	なし		ポスター発表	2nd International GISAS meeting	2012/11	2011A7226 2012A7226	J. H. Jang T. Inoue M. Kawazoe and H. Yoshida
中沢 寛光	関西学院大学	電子線及びX線回折法を用いた皮膚角層の構造解析	なし		招待講演	第59回界面科学会秋季セミナー	2012/11/1	2012A7203	中沢 寛光
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	Precise Synthesis and Structural Characterization of Polymer with Liquid Crystal Side Chains	なし	23635	口頭/ポスター発表	Korea-Japan Joint Symposium 2012	2012/11/7~11/10	2011B7279 2012A7228 2012A7229	Shota Osumi Tomoyasu Hirai Junichiro Koike Kunihiko Asada Misao Horigome Hiroki Ogawa Hiroyasu Masunaga and Keiji Tanaka
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Solvent Annealing Induced Highly Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Block Copolymer / Hydrophilic Oligomer Blend Thin Film	なし	25060	口頭発表	中部化学関係学協会連合 秋季大会	2012/11/10~11/11	2010A7225 2010B7271 2011A7217	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Structure Analysis of Hexagonally Packed and Perpendicularly Oriented Nano-Channels in Block Copolymer Film by GISAXS	なし	22776	招待講演	The 2nd International GISAS Meeting	2012/11/13~11/16	2010A1180 2011A7217 2011B7267	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Orientation behavior of Block Copolymer/ Hydrophilic Oligomer Blend Thin Film in the Process of Solvent Annealing	なし		ポスター発表	The 2nd International GISAS Meeting	2012/11/13~11.16	2010A1180 2011A7217 2011B7267	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Solvent-Annealing-Induced Perpendicular Orientation of Cylindrical Microdomains in Block Copolymer Thin Films	なし		ポスター発表	The 2nd International GISAS Meeting	2012/11/13~11/16	2010A1180 2011A7217 2011B7267	Cui Guanghui 櫻井 伸一 宮崎 司
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	タイヤ用ゴム材料のマイクロ・ナノレベルシミュレーション	なし		招待講演	日本ゴム協会 ゴムの力学ワークショップ2012	2012/11/16	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	内藤 正登
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	Analysis of Silica Dispersion State in Rubber Composite with 2D-USAXS/SAXS Measurement.	なし		ポスター発表	SAS2012	2012/11/18	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 間下 亮 若林 昇 篠原 佑也 雨宮 慶幸
鎌田 洋平	㈱クラレ	The Hydration and Ordering of Lamellar Block Copolymer Films Prior to the Formation of Polymer Vesicles	なし	22792	口頭発表	15th International Small-Angle Scattering Conference 2012	2012/11/18~11/23	2011B7256 2012A7207	鎌田 洋平
下北 啓輔	日東電工	Simultaneous GISAXS/GIWAXD Measurements of Coating Films during Film Formation by Solvent Evaporation		26064	口頭発表	15th International Small-Angle Scattering Conference	2012/11/18~11/23	2012A7216 2012B7266	Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa Ogawa Hiroki Yamamoto Katsuhiko
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Structure Analysis of Hexagonally Packed and Perpendicularly Oriented Nano-Channels in Block Copolymer Film by GISAXS	なし	23712	ポスター発表	International Small-Angle Scattering Conference (SAS2012)	2012/11/18~11/23	2009B1103 2010A1180 2010A7225 2010B7271 2011A7217 2011B7267	櫻井 伸一 宮崎 司 大矢 智士
鈴木 拓也	㈱三菱化学科学技術研究センター (三菱化学グループ)	Microscopic-structure Analysis of Polymer-based Bulk Heterojunction Films	なし		ポスター発表	SAS2012	2012/11/19~11/23	2010B7276 2011A7222	Takuya Suzuki Hiroyuki Imura Yuko Kojima Kentia Yamamoto
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Dynamics of Nanoparticles in Rubber Observed with Coherent X-rays	なし		招待講演	SAS2012	2012/11/21	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	篠原 佑也
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Anomalous Small-Angle X-ray Scattering near the Sulfur K-edge and its Application to Rubber Materials	なし		ポスター発表	SAS2012	2012/11/21	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	清家 はるか 篠原 佑也 半田 昌史 井上伊知郎 岸本 浩通 岩本 雄祐 雨宮 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Frozen Structures in Vulcanized Rubber Revealed by X-ray Photon Correlation Spectroscopy	なし		ポスター発表	SAS2012	2012/11/21	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	井上伊知郎 篠原 佑也 岸本 浩通 雨宮 慶幸
田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	水分率で制御するグリーンポリマーフィルムの力学特性	なし	23640	口頭/ポスター発表	2012年度 高分子計算機科学研究会・高分子基礎物性研究会・高分子ナノテクノロジー研究会 合同討論会	2012 11/21~11/22	2011B7279 2012A7228	松野 寿生 戦 捷 小池淳一郎 堀米 操 増永 啓康 小川 結樹 田中 敬二
三田 一樹	三井化学㈱	エチレン酢酸ビニル共重合体のレオロジー特性	なし	22596	口頭発表	成形加工シンポジウム'12	2012 11/30~12/1	2012A7219	八百板隆俊 狩野 武志 三田 一樹 伊崎 健晴 黒田 博之
三田 一樹	三井化学㈱	小角・広角X線散乱同時測定によるポリ4メチルペンテン1の結晶化ダイナミクスの研究	なし	22595	口頭発表	成形加工シンポジウム'12	2012 11/30~12/1	2010A7229 2010B7274 2011A7220 2011B7270	三田 一樹 奥村 寛 木村 一樹 伊崎 健晴 竹中 幹人 金谷 利治
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	SPring-8とスパコンを活用した低燃費タイヤ開発 ~物質材料研究のマルチスケール問題~	なし		招待講演	JST COI (Center of Innovation) ワークショップ イノベーション創出に向けた大型先進ルーツの活用	2012/12/7	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	フェノール樹脂の架橋構造不均一性	なし	23314	口頭/ポスター発表	日本中性子科学会第12回年次大会	2012 12/10~12/11	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	Inhomogeneity of Cross-Linked Phenolic Resins	なし	23315	口頭/ポスター発表	The 9th SPSJ International Polymer Conference (IPC2012)	2012 12/11~12/14	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	タイヤゴムのナノ粒子階層構造とマクロ物性	なし		招待講演	日本学術振興会 研究開発専門委員会	2012/12/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
櫻井 和朗	北九州市立大 (三菱化学グループ)	Crystallization Kinetics of Polypropylene Containing a Sorbitol Nucleating Agent	あり	22672	原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 1 発行年: 2012 頁: 87-93	2012	2012A7221 2012A1817 2012B7271	勝野 聡史 吉永 正弘 真田 雄介 秋葉 勇 櫻井 和朗 増永 啓康 北出 慎一
櫻井 和朗	北九州市立大 (三菱化学グループ)	Shear-Induced Pre-Crystallization Structures of Long Chain Branched Polypropylene under Steady Shear Flow Near the Melting Temperature	あり	22671	原著論文	Polymer 巻: 54 号: 1 発行年: 2012 頁: 246-257	2012	2012A1817	北出 慎一 飛鳥 和雄 真田 雄介 櫻井 和朗 増永 啓康
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	エコと安全を両立する高性能タイヤの開発 ~材料内部の構造解析が生きる~	なし		その他	SPring-8NEWS 63号	2012	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	岸本 浩通 内藤 正登
櫻井 和朗	北九州市立大 (三菱化学グループ)	Hydrophobic Molecules Infiltrating into the Poly(ethylene glycol) Domain of the Core/Shell Interface of a Polymeric Micelle: Evidence Obtained with Anomalous Small-Angle X-ray Scattering	あり	23574	原著論文	Journal of the American Chemical Society 巻: 135 号: 7 発行年: 2013 頁: 2574-2582	2013	2010B1726 2011A1668 2011B1735 2010B2000 2011A2045	Sanada Yusuke Akiba Iisamu Sakurai Kazuo Shiraishi Kouichi Yokoyama Masayuki Mylonas Elstratios Ohta Noboru Yagi Naoto Shinohara Yuya Amemiya Yoshiyuki
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	スーパーコンピュータ「京」で低燃費タイヤを開発する	なし		プレスリリース	理研ニュース	2013/1/5	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	中瀬古広三郎 岸本 浩通 内藤 正登
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	ゴム階層構造の解析と制御による低燃費タイヤの開発 ~時空間構造解析の重要性~	なし		招待講演	第26回 日本放射光学会年會・放射光科学合同シンポジウム	2013/1/12	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 岡下 亮 増井 友美 篠原 佑也 雨宮 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	X線光子相関分光法を用いたゴム中のナノ粒子ダイナミクスの観察	なし		招待講演	日本放射光学会	2013/1/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	硫黄K吸収端における異常小角X線散乱法の加硫ゴム材料への応用	なし		ポスター発表	日本放射光学会	2013/1/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SAXSおよびNMRによるフェノール樹脂ゲル化過程の不均一性解析	なし	23316	口頭/ポスター発表	第24回高分子ゲル研究討論会	2013 1/16~1/17	2012A7211 2012B7262	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	Large scale coarse-grained molecular dynamics simulations of rubber on the K computer	なし		ポスター発表	The 3rd AICS International Symposium	2013/2/1	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	坂牧 隆司 尾藤 多田 増井 友美 岸本 浩通 増井 友美
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	Designing Tire Materials for the Future -Visualization and Simulation at the Molecular Level	なし		口頭発表	TiretechnologyEXPO2013	2013/2/5	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	内藤 正登
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	SPring-8とスーパーコンピュータを活用した低燃費タイヤ開発秘話	なし		招待講演	芦屋公民館講座 2012年サイエンス・トピック ~兵庫県の最先端技術を知ろう~	2013/2/9	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210	若林 昇
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	低燃費タイヤ開発における実験とシミュレーション連携	なし		招待講演	ICSCP スーパーコンピューティング技術産業応用協議会平成24年度 第3回スーパーコンピューティング・セミナー	2013/2/21	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
北出 慎一	日本ポリケム㈱ (三菱化学グループ)	WO2013/125700	なし		特許出願		2013/2/22	2010A7231	北出 慎一
北出 慎一	日本ポリケム㈱ (三菱化学グループ)	WO2013/125702	なし		特許出願		2013/2/22	2010A7231	北出 慎一
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Dynamics of silica nanoparticles in styrene-butadiene rubber	なし		招待講演	5th Japan-Taiwan Joint Meeting on Neutron and X-ray Scattering	2013/2/25	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也
田頭 克春	サンアロマー㈱ (昭和電工グループ)	特願 2013-37968	なし		特許出願		2013/2/27	2010B7261	
田頭 克春	サンアロマー㈱ (昭和電工グループ)	特願 2013-37526	なし		特許出願		2013/2/27	2010B7261	
今井 徹	東洋紡㈱	マイクロビームによる成形品の厚さ方向分析	なし		口頭発表	物質構造解析研究会 第5回討論会	2013/3/1	2011A7214 2011B7264	今井 徹
今井 徹	東洋紡㈱	マイクロビームによる成形品の厚さ方向分析	なし	25324	口頭/ポスター発表	物質構造解析研究会 第5回討論会	2013/3/1	2011A7214 2011B7264	Imai Tohru Funaki Kenichi Kinoshita Osamu Yamada Koji Murase Hiroki Tashiro Kohji
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	X線散乱を用いたナノ粒子充填ゴム材料の解析	なし		依頼講演	第1回グリーンマテリアルワークショップXAFS・SAXS研究会	2013/3/5	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	京コンピュータを用いた大規模粗視化分子動力学シミュレーションの検討	なし		口頭発表	高分子学会 高分子計算機科学研究会	2013/3/6	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	坂牧 隆司 尾藤 多田 増井 友美 岸本 浩通 増井 友美
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	ナノ粒子充填ゴムにおける時空間構造解析 ~低燃費タイヤ開発を通して~	なし		招待講演	SPring-8 ガラス・セラミック研究会(第4回)	2013/3/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	エコと安全を両立する高性能タイヤの開発 ~マルチスケールの総合的理解もけて~	なし		招待講演	兵庫県立大学高度産業科学技術研究所 先端技術セミナー 2013	2013/3/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸

2012年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
岸本 浩通	住友ゴム工業様	粗視化分子動力学法を用いたゴムの大規模シミュレーション	なし		口頭発表	平成24年度「京」を中核とするHPCIシステム利用研究課題中間報告会	2013/3/15	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	坂牧 隆司 岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業様	フィラー充填ゴムの構造とダイナミクス	なし		招待講演	第1回 放射光・中性子の相補利活用セミナー	2013/3/22	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	増井 友美 岡下 亮 岸本 浩通
中沢 寛光	関西学院大学	Low-Flux Electron Diffraction Study for the Intercellular Lipid Organization on a Human Corneocyte	あり	23158	原著論文	Biochimica et Biophysica Acta 巻: 1828 号: 発行年: 2013 頁: 1424-1431	2013	2011B7253	中沢 寛光 今井 友裕 加藤 知八 田 一郎
和泉 篤士	住友ベークライト様	Gelation and Cross-Link Inhomogeneity of Phenolic Resins Studied by 13C-NMR Spectroscopy and Small-Angle X-ray Scattering	あり	23317	原著論文	Soft Matter 巻: 9 号: 16 発行年: 2013 頁: 4188-4197	2013	2012A7211 2012B7262	和泉 篤士 中尾 俊夫 柴山 充弘
和泉 篤士	住友ベークライト様	Cross-link Inhomogeneity of Phenolic Resins (フェノール樹脂の架橋ネットワーク不均一性)	なし	23321	学位論文	Doctor Thesis (The University of Tokyo)	2013	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262	和泉 篤士
増永 啓康	JASRI	Accurate Measurements of Intrinsic Scattering from Window Materials by Use of a Vacuum Camera	なし	23711	原著論文	Journal of Applied Crystallography 巻: 46 号: 2 発行年: 2013 頁: 577-579	2013	2010B2000 2011A2045	Masunaga Hiroyasu Sakurai Kazuo Akiba Isamu Ito Kazuki Takata Masaki
岡田 聖香	広島大学 (プリヂェストングループ、昭和電工グループ)	Temperature Dependence of Crystallization of Nano-Oriented Crystals of IPP and the Formation Mechanism	あり	22841	原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 1 発行年: 2013 頁: 70-78	2013	2010A7228 2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218 2011A7219 2011B7258 2011B7268 2012A7208 2012A7217	Okada Kiyoka Tagashira Katsuharu Sakai Kazuhiko Masunaga Hiroyasu Hikosaka Masamichi
岸本 浩通	住友ゴム工業様	SPring-8研究者インタビュー	なし		その他 (You Tube)	SPring-8研究者インタビュー		2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業様	新材料開発技術「4D NANO DESIGN」	なし		その他出版物			2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	内藤 正登
岸本 浩通	住友ゴム工業様	Small-angle X-ray and neutron scattering analyses of highly crosslinked rubber with unsaturated carboxylic acid.	あり	22982	原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 発行年: 2013 頁: 57-63	2013	2010B7264	岡下 亮 岸本 浩通 井上倫太郎 金谷 利治
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	フィラー充填ゴムの放射光X線を用いた時空間構造解析	なし		解説記事			2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也 岸本 浩通 雨宮 慶幸
高西 陽一	京都大学 (キャノングループ)	放射光を利用した液晶複合構造と超構造の評価		41172	口頭発表	第61回高分子討論会 (名古屋工大)		2010A7205 2010B7255 2011A7204	高西 陽一 大塚 洋子 高橋由美子 飯田 厚夫
高橋 功	関西学院大学	X線回折・散乱による高分子薄膜・表面研究	あり		総説	誌名 表面科学 巻: 33 号: 9 発行年: 2012 頁: 501-505		2010B7254 2011B7254	高橋 功

2013年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	小角散乱を用いたタイヤゴム中でのナノ粒子構造・ダイナミクスの観察	なし		依頼公演	SPring-8利用推進協議会	2013/4/16	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	篠原 佑也
岸本 浩通	住友ゴム工業様	京を利用した大規模分子シミュレーションによるタイヤ材料開発	なし		招待講演	京コンピュータ・シンポジウム 2013	2013/5/13	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260	中瀬古広三郎
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中の高度垂直配向ナノチャネルの創製	なし		ポスター発表	分子・物質合成プラットフォームH24年成果報告会	2013 5/13~5/14	2012B7266	櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
高橋 功	関西学院大学	Crystallinity and Crystallographic Orientation of Biodegradable Poly[ε-3-hydroxybutyrate] Thin Films blended with Biodegradable Poly(lactic acid)-An Effective Use of Novel Confinement Effects-	なし		口頭発表	3rd polymer Congress of the Federation of Asian Polymer Societies and MACRO 2013	2013/5/15	2010B7254 2011B7254	Isao Takahashi Harumi Sato Yukihiro Ozaki Xiaoli Sun
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	GISAXS法によるブロック共重合体薄膜中の垂直配向ナノチャネルの構造解析	なし	25057	口頭発表	ゴム協会年次大会	2013 5/23~5/24	2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	松田 明倫 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
岸本 浩通	住友ゴム工業様	住友ゴム プレスセミナー	なし		プレスリリース	住友ゴム プレスセミナー	2013/5/27	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	若林 昇 石田 博一 中瀬古広三郎
網野 直也	横浜ゴム様	低燃費タイヤグレード最高峰の「BlueEarth-1 EF20」新発売	あり		プレスリリース	プレス発表	2013/5/29		横浜ゴム
下北 啓輔	日東電工	Development of Simultaneous Measurement System of SAXS/WAXD and Thickness of Coating Films during Film Formation by Solvent Evaporation SAXS/WAXD 同時測定による溶媒蒸発に伴う塗膜乾燥過程の評価		26065	口頭発表	高分子学会 年次大会	2013 5/29~5/31	2012A7216	Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa Ogawa Hiroki Yamamoto Katsuhiko
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	溶媒アニールによるポリメタクリル酸メチル- <i>t</i> -ボリアクリル酸ヘキシルブロック共重合体薄膜中のシリンドラー構造の配向挙動	なし	25056	ポスター発表	高分子学会 年次大会	2013 5/29~5/31	2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	小原 光詞 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中の垂直配向シリンドラーナノチャネルの創製	なし		ポスター発表	高分子学会 年次大会	2013 5/29~5/31	2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	松田 明倫 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中の垂直配向ナノチャネルの創製	なし	25055	口頭発表	高分子学会 年次大会	2013 5/29~5/31	2011B7267 2012A7216 2012B7266	松田 明倫 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	種々のポリアクリレートとPMMA から形成されるジブロック共重合体のマイクロ相分離構造	なし		ポスター発表	高分子学会 年次大会	2013 5/29~5/31	2012A7216 2012B7266	島田 大輝 小原 光詞 櫻井 伸一 宮崎 司
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	非相溶系高分子ブレンドが形成する相分離構造 I 非平衡溶液からの形成	なし		口頭発表	第62回高分子学会年次大会	2013/5	2011A7226 2012A7226	張 峻赫 井上 剛志 吉田 博久 川添 真幸
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	非相溶系高分子ブレンドが形成する相分離構造 II 平衡溶液からの形成	なし		ポスター発表	第62回高分子学会年次大会	2013/5	2012A7226 2013A7223	張 峻赫 井上 剛志 吉田 博久 川添 真幸
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	親水基の異なる両親媒性分子薄膜の相転移	なし		ポスター発表	第62回高分子学会年次大会	2013/5	2013A7223	江本 奏 柿本 詩織 吉田 博久 岩佐 真行
吉田 博久	首都大学東京 (横浜ゴムグループ)	両親媒性ブロック共重合体が形成するマイクロ相分離表面の相転移	なし		口頭発表	第62回高分子学会年次大会	2013/5	2013A7223	平野由里香 白石 貴志 吉田 博久 岩佐 真行
戸木田雅利	東京工業大学 (昭和電工グループ)	スメクチック液晶性-非晶性ブロック共重合体繊維の熱処理による構造発展と配向変化	なし		ポスター発表	平成25年度繊維学会年次大会	2013/6/12	2012B7258	古賀 舞都 姜 聲敬 渡辺 順次 戸木田雅利

2013年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
大越 豊	信州大学 (東レグループ)	PS/PET海島複合糸繊維のレーザー加熱延伸時における繊維構造形成			ポスター発表	繊維学会予稿集, 68(1):CD	2013/6/12	2012B7265	菅原 昂亮 石井 翔平 伊香賀敏文 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
大越 豊	信州大学 (東レグループ)	SPring8 FSBLを用いて時間分解能100μsで測定したPET繊維延伸時の構造形成			口頭発表	繊維学会予稿集 2013 CD, 68(1):CD	2013/6/12	2012B7265	大越 豊 菅原 昂亮 石井 翔平 伊香賀敏文 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
三田 一樹	三井化学	Simultaneous Small- and Wide-Angle X-ray Scattering Studies on Crystallization Dynamics of Poly(4-methylpentene-1) from Melt		25758	口頭/ポスター発表	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2013 6/30~7/4	2010A7229 2010B7274 2011A7220 2011B7270	Mita Kazuki Okumura Hiroshi Kimura Kazuki Isaki Takeharu Takenaka Mikihito Kanaya Toshiji
彦坂 正道	広島大学 (昭和電工グループ・ブリヂストングループ)	融液伸長結晶化におけるiPPのナノ配向結晶の生成メカニズム	なし	24464	招待講演	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2013 6/30~7/4	2010A7228 2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218 2011A7219 2011B7258 2011B7268 2012A7208 2012A7217 2012B7258 2012B7267 2013A7208 2013A7217	Hikosaka Masamichi Okada Kiyoka
岡田 聖香	広島大学 (昭和電工グループ・ブリヂストングループ)	融液伸長結晶化におけるナノ配向結晶生成の物質依存性	なし	24463	口頭/ポスター発表	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2013 6/30~7/4	2010A7228 2010B7262 2010B7272 2011A7208 2011A7218 2011A7219 2011B7258 2011B7268 2012A7208 2012A7217 2012B7258 2012B7267 2013A7208 2013A7217	Hikosaka Masamichi Okada Kiyoka
高橋 功	関西学院大学	Thickness-dependent Relaxation and Glass Transition Width of Ultrathin Polystyrene Films studied by X-ray Reflectivity	なし		招待講演	7th International Discussion Meeting on Relaxations in Complex Systems	2013/7/26	2011B7254	Isao Takahashi Chunming Yang
中沢 寛光	関西学院大学	Electron and X-ray Diffraction Study on the Intercellular Lipid Organization in Human Skin Stratum Corneum	なし	29787	ポスター発表	27th Conference of the European colloid and interface society	2013/9/1	2012B7253	中沢 寛光 加藤 知
戸木田雅利	東京工業大学 (昭和電工グループ)	主鎖型スメックチック液晶性セグメントがブロック共重合体のラメラ構造に与える影響	なし		口頭発表	平成25年度高分子討論会	2013/9/11	2012B7258	古賀 舞都 姜 聲敏 渡辺 順次 戸木田雅利
和泉 篤士	住友ベークライト	SAXS and pulsed-NMR Analysis of Phenolic Resin During Gelation Process SAXSおよびパルスNMRによるフェノール樹脂のゲル化メカニズム解析	なし	25925	口頭/ポスター発表	平成25年度高分子討論会	2013 9/11~9/13	2012A7211 2012B7262	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
下北 啓輔	日東電工	Preferential Solvent Evaporation under Coating Film Formation by Block Copolymer Solution		26066	口頭発表	高分子討論会	2013 9/11~9/13	2013A7216	Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa Ogawa Hiroki Yamamoto Katsuhiro
北出 慎一	日本ポリケム(株) (三菱化学グループ)	放射光によるポリエチレンフィルムの大変形下での構造変化検討結果	なし	24925	ポスター発表	平成25年度高分子討論会	2013 9/11~9/13	2012B7271 2013A7220	Kitade Shinichi Asuka Kazuo Sanada Yusuke Akiba Isamu Sakurai Kazuo
浅田 光則	(株)クラレ	基板吸着層によるポリエチレン薄膜内の不均一構造	なし	24924	口頭/ポスター発表	平成25年度高分子討論会	2013 9/11~9/13	2013A7206	
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中の垂直配向ナノチャネルの創製とその応用	なし	25051	ポスター発表	高分子討論会	2013 9/11~9/13	2012A7216 2012B7266 2013A7216	松田 明倫 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔

2013年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
大越 豊	信州大学 (東レグループ)	Poly(ethylene terephthalate)の繊維構造形成と強度発現			口頭発表	高分子討論会予稿集, DVD:S-11-5	2013/9/12	2012B7265	大越 豊 菅原 昂亮 石井 翔平 伊香賀敏文 岡田 一幸 増田 正人 前田 裕平 増永 啓康 金谷 利治
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	メタクリル-アクリル系ブロック共重合体の相分離挙動	なし		ポスター発表	第145回東海高分子研究会	2013 9/27~9/28	2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	島田 大輝 小原 光詞 櫻井 伸一 宮崎 司
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ブロック共重合体薄膜中の垂直配向ナノチャネルの創製とその応用	なし		ポスター発表	第145回東海高分子研究会	2013 9/27~9/29	2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	松田 明倫 櫻井 伸一 宮崎 司 下北 啓輔
和泉 篤士	住友ベークライト	Structural Analysis of Inhomogeneity of Phenolic Resins during Gelation Process フェノール樹脂ゲル化過程の不均一性解析	なし	25923	口頭/ポスター発表	平成24年度 茨城県ビームライン・CROSSトリアルユース 成果報告会	2013/10/18	2012A7211 2012B7262	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
和泉 篤士	住友ベークライト	Structural Analysis of Gelation of Phenolic Resins using SAXS and Pulse NMR SAXSおよびパルスNMRによるフェノール樹脂のゲル化メカニズム解析	なし	25924	口頭/ポスター発表	第63回 ネットワークポリマー 講演討論会	2013 10/21~10/23	2012A7211 2012B7262	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
大越 豊	信州大学 (東レグループ)	Fiber Structure Development and the Tensile Strength of Polyester Fiber			招待講演	The 12th Asian Textile Conference, ATC-12(CD):S1-IN-05	2013/10/25	2012B7265	Yutaka Ohkoshi KyoungHou Kim Toshifumi Ikaga Kazuyuki Okada Masato Masuda Yuhei Maeda Hiroyasu Masunaga and Toshiji Kanaya
船城 健一	東洋紡(株)	高輝度放射光を用いた高分子構造の解析	なし	25244	口頭/ポスター発表	成形加工学会 第21回 秋季大会	2013 11/7~11/8	2010A7222 2010B7268 2011A7214 2011B7264	Funaki Kenichi Murase Hiroki Imai Tohru Suei Takumi Yamada Koji
三田 一樹	三井化学	Development of Ultra High Molecular Weight Ethylene - propylene - diene ternary copolymer (UHMW-EPDM) rubber 超高分子量エチレン・プロピレン・ジエン共重合体を用いた架橋ゴムの開発	なし	25759	口頭/ポスター発表	成型加工シンポジウム '13	2013 11/7~11/8	2012B7269	Uchida Kiminori Mita Kazuki Isaki Takeharu Kotaro Ichino Yoshiharu Kikuchi Hiroyasu Yamaoka
大越 豊	信州大学 (東レグループ)	PS/PET海島複合糸繊維のレーザー延伸時における繊維構造形成			口頭発表	成型加工シンポジウム, 2013:23-24	2013/11/8	2012B7265	菅原 昂亮 伊香賀敏文 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
鎌田 洋平	(株)クラレ	両親媒性ブロック共重合体薄膜の膨潤過程における秩序構造形成	なし		口頭発表	日本化学会中国四国支部大会 若手セッション企画「機能性ソフトマテリアルと分子統計学」	2013/11/16	2011B7256 2012A7207	
網野 直也	横浜ゴム(株)	東京モーターショー出展			展示会	東京モーターショー 2013	2013/11/20		横浜ゴム
三田 一樹	三井化学	The Development of Ultra High Molecular Weight Ethylene - propylene - diene Ternary Copolymer (UHMW-EPDM) Rubber 超高分子量エチレン・プロピレン・ジエン共重合体を用いた架橋ゴムフィルムの開発	なし	25760	口頭/ポスター発表	ポリマー材料フォーラム	2013 11/28~11/29	2012B7269	Uchida Kiminori Mita Kazuki Isaki Takeharu Kotaro Ichino Yoshiharu Kikuchi Hiroyasu Yamaoka
戸木田雅利	東京工業大学 (昭和電工グループ)	Influence of Smectic Liquid Crystallinity on Lamellar Microdomain Structure in a Main-Chain Liquid Crystal Block Copolymer Fiber.	あり		原著論文	Macromolecular Chemistry and Physics 巻:214 号:20 発行年:2013 頁:2295-2300		2012B7258	M. Koga S. Kang J. Watanabe M. Tokita
高橋 功	関西学院大学	Reversible negative thermal expansivity of fructose thin films emerging from anisotropic geometry	なし		ポスター発表	12th Meeting of the Asian Crystallographic Association	2013/12/7	2012A7204	Shogo Tsujiuchi Kazuki Nishimori Shunsui Matsuura Isao Takahashi
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Perpendicular Orientation of Sub-10 nm Channels in Polystyrene-b-poly(4-hydroxyl styrene)/PEG Oligomer Blend Thin Films	あり	24479	原著論文	誌名 Nanoscale 巻:5 号:15 発行年:2013 頁:6713-6719		2010A1180 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	Cui Guanghui 大矢 智士 永野 修作 櫻井 伸一 宮崎 司 他

2013年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
小川 紘樹	JASRI	Dewetting Process of Deuterated Polystyrene and Poly(vinyl methyl ether)Blend Thin Films via Phase Separation	あり		原著論文	Macromolecules 巻: 46 発行年: 2013 頁: 4540-4547		2012B1950	Tian Xia Hiroki Ogawa Rintaro Inoue Koji Nishida Norifumi L. Yamada Guangxian Li Toshiji Kanaya
高橋 功	関西学院大学	Confinement effects on glass transition temperature, transition breadth, and linear expansivity: An ultraslow X-ray reflectivity study on supported ultrathin polystyrene films	あり	24872	原著論文	THE EUROPEAN PHYSICAL JOURNAL E 巻: 36 号: 66 発行年: 2013		2011B7254 2012A7204	Chunming Yang Rena Onitsuka Isao Takahashi
村瀬 浩貴	東洋紡織	ポリパラフェニレンベンゾビスオキサゾール (PBO) 繊維の密度不均一構造の透過型電子顕微鏡による直接観察	あり		原著論文	SEIN GAKKAISHI 巻: 69 号: 9 発行年: 2013 頁: 163-168		2012A7214	Hiroki Murase
奥田 浩司	京都大学 (住友ベークライトグループ)	Grazing-Incidence Small-Angle X-ray Scattering from Ge Nanodots Self-Organized on Si(001) Examined with Soft X-rays	なし	25601	原著論文	Journal of Synchrotron Radiation 巻: 21 号: 1 発行年: 2014 頁: 161-164		2011A7297 2012B1950	Yamamoto Takayoshi Okuda Hiroshi Takeshita Kohki Usami Noritaka Kitajima Yoshinori Ogawa Hiroki
岸本 浩通	住友ゴム工業株	Pinhole-Type Two-Dimensional Ultra-Small-Angle X-ray Scattering on the Micrometer Scale	なし	25617	原著論文	Journal of Synchrotron Radiation 巻: 21 号: 1 発行年: 2014 頁: 1-4		2012B7260	Kishimoto Hiroyuki Shinohara Yuya Suzuki Yoshio Takeuchi Akihisa Yagi Naoto Amemiya Yoshiyuki
和泉 篤士	住友ベークライト	Gelation Mechanisms of Phenolic Resins Studied by Small-Angle X-ray Scattering 小角X線散乱法によるフェノール樹脂ゲル化メカニズムの解析	なし	25926	原著論文	誌名 ネットワークポリマー (Journal of Network Polymer, Japan) 巻: 34 号: 6 発行年: 2013 頁: 330-335		2012A7211 2012B7262	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
中田 克	株式会社東レリサーチセンター (東レグループ)	一軸延伸ポリエチレンテレフタレート(PET) フィルムの構造解析	なし	29828	口頭/ポスター発表	成型加工シンポジウム'13	2013 11/7~11/8	2010A7223 2010B7269	Nakada Masaru Okada Kazuyuki Nakagawa Takeshi Higashioji Takuji Takahashi Kenta Uchida Hirohito Kanaya Toshiji Nishida Koji Inoue Rintaro Ohkoshi Yutaka
岡田 一幸	株式会社東レリサーチセンター (東レグループ)	Structural Analysis of Poly(ethylene terephthalate) during Uniaxial Drawing above the Glass Transition Temperature	なし	29752	口頭/ポスター発表	International Discussion Meeting on Polymer Crystallization	2013 6/30~7/4	2010A7223 2010B7269	Okada Kazuyuki Nakagawa Takeshi Higashioji Takuji Takahashi Kenta Uchida Hirohito Kanaya Toshiji Nishida Koji Inoue Rintaro
小林 定之	東レ株	Structural development in reaction-induced phase separation	あり	22319	招待講演	第10回中日先進高分子研究討論会	2013/12	2011A7215 2011B7625	小林 定之 野村圭一郎
野村圭一郎	東レ株	反応誘起相分離構造形成過程の解析	なし	22319	口頭発表	第62回高分子学会年次大会	2013/5/30	2011A7215 2011B7625	野村圭一郎 小林 定之
野村圭一郎	東レ株	反応誘起相分離による構造形成機構	なし	22319	口頭発表	第62回高分子討論会	2013/9/11	2011A7215 2011B7625	野村圭一郎 川上 智教 小林 定之
石毛 亮平	九州大学 (DICグループ)	Structural Analysis and Surface Wettability of a Novel Alternated Vinylidene Cyanide with Fluorinated Vinyl Ether Copolymer	なし	25043	原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 10 発行年: 2013 頁: 1041-1046		2011A7299	Ishige Ryohei Yamaguchi Hiroki Shinohara Takamichi Meskini Ahmed Raihane Mustapha Takahara Atsushi Ameduri Bruno
杉本 慶喜	東京工業大学 (三菱レイヨングループ)	Structure Change of Carbon Fibers during Axial Compression	なし	23265	原著論文	Carbon 巻: 57 号: 発行年: 2013 頁: 416-424		2011A7224	Sugimoto Yoshiki Kato Takashi Shioya Masatoshi Kobayashi Takayuki Sumiya Kazunori Fujie Masaki
星野 大樹	九州大学 (DICグループ)	Surface and Interface Analyses of Polymer Brushes by Synchrotron Radiation	なし	22790	原著論文	Journal of the Physical Society of Japan 巻: 82 号: 2 発行年: 2013 頁: 021014		2010A7239	Hoshino Taiki Tanaka Yoshihito Jinnai Hiroshi Takahara Atsushi
奥田 浩司	京都大学 (住友ベークライトグループ)	Contrast Matching of an Si Substrate with Polymer Films by Anomalous Dispersion at the Si K Absorption Edge	なし	22741	原著論文	Journal of Applied Crystallography 巻: 45 号: 1 発行年: 2012 頁: 119-121		2011A7297	Okuda Hiroshi Takeshita Kohki Ochiai Shojiro Kitajima Yoshinori Sakurai Shinichi Ogawa Hiroki

2013年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
高原 淳	九州大学 (DICグループ)	Precise and nondestructive characterization of a 'buried' nanostructure in a polymer thin film using synchrotron radiation ultra-small angle X-ray scattering	あり		原著論文	Polymer Journal 巻: 45 号: 発行年: 2013 頁: 307-312		2010A7241	Takamichi Shinohara Tomoko Shirahase Daiki Murakami Taiki Hoshino Moriya Kikuchi Jun-ichiro Koike Misao Horigome Hiroyasu Masunaga Hiroki Ogawa Atsushi Takahara
高西 陽一	京都大学 (キャノングループ)	N-SmC相系列を示す液晶におけるネマチック配向異常と光学二軸性		41604	口頭発表	液晶物理・物性フォーラム/ソフトマターフォーラム共催研究会「二軸性ネマチック研究の最前線」		2012B7255	高西 陽一
田村 豪主	東京大学 (住友ゴムグループ)	Dependence of the Swelling of a pH-responsive PEG-Modified Nanogel on the Cross-Link Density	なし	22669	原著論文	Polymer Journal 巻: 44 号: 3 発行年: 2012 頁: 240-244		2009B7200	Tamura Goshu Shinohara Yuya Tamura Atsushi Sanada Yusuke Oishi Motoi Akiba Isamu Nagasaki Yukio Sakurai Kazuo Amemiya Yoshiyuki
岸本 浩通	住友ゴム工業株	低燃費タイヤ開発における実験とシミュレーション連携	なし		招待講演	平成24年度 第3回スーパーコンピューティング・セミナー	2013/2/21	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	ナノ粒子充填ゴムにおける時空間構造解析～低燃費タイヤ開発を通して～	なし		招待講演	Spring-8 ガラス・セラミック研究会(第4回)	2013/3/14	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業株	高性能タイヤ開発のための放射光/シミュレーション活用	なし		招待講演	加工プロセスによる材料新機能 発現第176委員会 第23回研究会	2013/7/17	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	高分子複合材料解析(タイヤゴム)における量子ビーム・計算シミュレーションの応用	なし		口頭発表	計算力学講演会CMD2013	2013/11/2	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	量子ビームによる高分子複合材料解析への新展開	なし		学会誌	高分子学会誌「展望」		2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	小角X線散乱とX線顕微鏡を用いたゴム材料研究	なし		招待講演	中性子産業利用推進協議会 第7回ソフトマター中性子散乱研究会	2013.2.28	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業株	放射光と中性子相補利用による高分子複合材料の研究	なし		招待講演	中性子産業利用推進協議会 平成25年度総会&平成24年度 成果報告会	2013.7.22	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	エコと安全を両立する高性能タイヤの開発～マルチスケールの総合的理解にむけて～	なし		招待講演	兵庫県立大学高度産業科学技術研究所 先端技術セミナー 2013	2013/3/15	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	ゴム階層構造の解析と制御による低燃費タイヤの開発～時空間構造解析の重要性～	なし		企画講演	第26回 日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム	2013/1/12	2010A7217 2010B7264 2011A7210 2011B7260 2012A7210 2012B7260	岸本 浩通 篠原 佑也 増井 友美 雨宮 慶幸

2014年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPRING-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
内田 公典	三井化学㈱	一軸延伸ポリプロピレンシートの周波数変調原子間力顕微鏡 (FM-AFM) 観察	なし	29296	口頭/ポスター発表	神戸大学界面科学研究センター コロキウム「高分子界面」	2014/5/8	2013A7218	内田 公典
高橋 功	関西学院大学	Controlling Molecular Chain Orientation in Ultrathin Films of Biodegradable Poly(lactide) Stereocomplex	なし		招待講演	International Symposium on Advanced Polymeric Materials 2014 (ISAPM2014)	2014/5/15	2012A7204 2012B7254 2013B7254	Isao Takahashi Kummetha Raghunatha Reddy Yukihiro Ozaki
廣澤 和	東京大学物性研究所 (三井化学㈱)	イオン液体中に溶解したセルロースの溶存構造に関する分子論的研究	なし	29758	口頭/ポスター発表	高分子学会 年次大会	2014 5/28~5/30	2014A7210	Hirosawa Kazu Fuji Kenta Kusano Takumi Hashimoto Kei Shibayama Mitsuhiro
廣澤 和	東京大学物性研究所 (三井化学㈱)	イオン液体中におけるセルロースノフィブリル状構造	なし	29759	口頭/ポスター発表	繊維学会 年次大会	2014 6/11~6/13	2014A7210	Hirosawa Kazu Fuji Kenta Kusano Takumi Hashimoto Kei Shibayama Mitsuhiro
大越 豊	東レ	PETの繊維構造形成におよぼす溶融紡糸条件の影響			口頭発表	繊維学会年次大会 69:2P212 2014	2014/6/12	2013B7263	富澤 鎌 菅原 昂亮 伊香賀敏文 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
浅田 光則	クラレ	Melt Crystallization/Dewetting of Ultrathin PEO Films via Carbon Dioxide Annealing: The Effects of Polymer Adsorbed Layers	あり	27259	原著論文	誌名: Soft Matter 巻: 10 号: 34 発行年: 2014 頁: 6392-6403		2013A7206	Asada Mitsunori Jiang Naisheng Sendogdular Levent Sokolov Jonathan Endoh Maya K. Koga Tadanori Fukuto Masafumi Yan Ling Akugun Bulent Dimitriou Michael Satija Sushil
浅田 光則	クラレ	Green Nanoprocessing of Polymer Surfaces with Supercritical Carbon Dioxide (超臨界二酸化炭素による高分子薄膜の表面/界面構造制御に関する研究)	あり		学位論文		2014/7	2011B7256 2013A7206	浅田 光則
高橋 功	関西学院大学	Crystallization by thermal processing of Poly(lactide) stereocomplex thin films	なし		ポスター発表	23rd Congress and General Assembly of the International Union of Crystallography	2014/8/9	2012A7204 2012B7254 2013B7254	Isao Takahashi Yukihiro Ozaki Kummetha Raghunatha Reddy
岸本 浩通	住友ゴム	Study on Hierarchical Spatio-Temporal Structure of Rubber Composite with Synchrotron X-rays and Neutron 放射光X線と中性子を用いたゴムの時空間階層構造の研究	なし		学位論文	東京大学	2014	2011B7260 2011A7210 2010B7264 2010A7217 2013A7210 2012B7260 2012A7210	岸本 浩通
奥田 浩司	京都大学 (住友ベークライト)	Normalization of Grazing-Incidence Small Angle Scattering of Phospholipid Alloy Systems at the K Absorption Edge of Phosphorous: A Standard Sample Approach	なし	26666	原著論文	誌名: Japanese Journal of Applied Physics 巻: 53 号: 5S1 発行年: 2014 頁: 05FH02		2012A7212 2012B7261	Okuda Hiroshi Yamamoto Takayoshi Takeshita Kohki Hirai Mitsuhiro Senoo Kazunobu Ogawa Hiroki Kitajima Yoshinori
篠原 貴道	九州大学 (デンソー)	"Buried" Nano-Structure and Molecular Aggregation State in Ordered Heterojunction Poly(3-hexylthiophene)-Based Photovoltaics	なし	26212	原著論文	Japanese Journal of Applied Physics 巻: 53 号: 5S1 発行年: 2014 頁: 05FH09		2012A7213 2012B7263	Shinohara Takamichi Higaki Yuji Hoshino Taiki Masunaga Hiroyasu Ogawa Hiroki Okamoto Yasushi Aoki Takashi Takahara Atsushi
高原 淳	九州大学 (DIC)	Solution Processable Iridescent Self-Assembled Nanoplatelets with Finely Tunable Interlayer Distances Using Charge- and Sterically Stabilizing Oligomeric Polyoxalyalkyleneamine Surfactants	なし		原著論文	Chemistry of Materials 巻: 26 号: 4 発行年: 2014 頁: 1528-1537			Minhao Wong Ryohei Ishige Taiki Hoshino Spencer Hawkins Peng Li Atsushi Takahara Hung-Jue Sue
高原 淳	九州大学 (三井化学)	Unique Difference in Transition Temperature of Two Similar Fluorinated Side Chain Polymers Forming Hexatic Smectic Phase: Poly[2-(perfluorooctyl)ethyl acrylate] and Poly[2-(perfluorooctyl)ethyl vinyl ether]	なし		原著論文	Macromolecules 巻: 47 号: 12 発行年: 2014 頁: 3860-3870			Ryohei Ishige Takamichi Shinohara Kevin L White Ahmed Meskini Mustapha Raihane Atsushi Takahara Bruno Ameduri

2014年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPRING-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
野崎 修平	九州大学	時分割小角X線散乱測定による力学変形後のポリウレタンエラストマーのミクロドメイン構造解析	なし		口頭発表	第26回ゴム技術研究・事例発表会	2014/9/5		野崎 修平 小松 拓也 小椎尾 謙 高原 淳
内田 公典	三井化学㈱	一軸延伸アインタクチックポリプロピレンの周波数変調検出方式原子間力顕微鏡による観察	なし	29297	口頭/ポスター発表	高分子討論会	2014 9/24~9/26	2013A7218	Uchida Kiminori Mita Kazuki Matsuo Osamu Isaki Takeharu Kimura Kenjiro Onishi Hiroshi
野崎 修平	九州大学	放射光測定に基づく伸長変形後のポリウレタンエラストマーの構造修復挙動の解析	なし		口頭発表	第63回高分子討論会	2014/9/25		野崎 修平 小松 拓也 本九町 卓 吉永 耕二 増永 啓康 平井 智康 楢垣 勇次 小椎尾 謙 高原 淳
大越 豊	東レ	Fiber structure development of PS/PET sea-islands conjugated fiber during the continuous laser drawing process			ポスター発表	ISF2014 Conference Proceedings:S3-15 2014	2014/9/29	2012B7265	K. Sugawara T. Ikaga Y. Ohkoshi K. Okada H. Masunaga T. Kanaya M. Masuda and Y. Maeda
小椎尾 謙	九州大学	Microdomain structures of thermoplastic elastomers after mechanical deformation based on small-angle X-ray scattering	なし		口頭発表	International Symposium on Fiber Science and Technology 2014 (ISF2014)	2014/10/1		Ken Kojio Genichiro Kawajiri Takuya Komatsu Suguru Motokuchō and Kohji Yoshinaga
彦坂 正道	広島大学 (帝人グループ)	Elongational crystallization of poly(ethylene terephthalate)(PET)from the melt	なし		招待講演	ICR Symposium on Polymer Crystals	2014 10/2~10/3	2014A7222	Hikosaka Masamichi Okada Kiyoka
伊崎 健晴	三井化学㈱	結晶化度分布の予測と実測	なし	29305	口頭/ポスター発表	第62回 レオロジー討論会	2014 10/15~10/17	2011B3209 2012B3209 2012B7269	Isaki Takeharu Okumura Hiroshi Uchida Kiminori Mita Kazuki
野崎 修平	九州大学	力学変形後の熱可塑性ポリウレタンエラストマーのミクロドメイン構造回復性	なし		口頭発表	第62回レオロジー討論会	2014/10/17		野崎 修平 小松 拓也 本九町 卓 吉永 耕二 小椎尾 謙 高原 淳
鎌田 洋平	クラレ	高分子薄膜の構造形成過程評価	なし		依頼講演	平成26年度(第30回)新材料・新技術利用研究会	2014/10/20	2011B7256 2012A7207 2013B7256	鎌田洋平
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	X線・中性子散乱によるフェノール樹脂の架橋不均一性解明に関する研究		28639	口頭/ポスター発表	第64回 ネットワークポリマー講演討論会	2014 10/22~10/24	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262 2013A7212 2013B7260	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
三田 一樹	三井化学㈱	樹脂ブレンドEPDM	なし	29301	口頭/ポスター発表	日本ゴム協会関西支部 第29回総合紹介講演会	2014/11/6	2014A7217	Nakatsuji Ryo
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	GELATION AND CROSS-LINK INHOMOGENEITY OF PHENOLIC RESINS:ASANS AND SAXS STUDY		28640	口頭/ポスター発表	The 22nd Polymer Networks Group Meeting and the 10thGel Symposium(PN&G2014)	2014 11/10~11/14	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262 2013A7212 2013B7260	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
小椎尾 謙	九州大学	熱可塑性エラストマーの力学変形後の修復挙動	なし		口頭発表	第42回TPE技術研究会	2014/11/11		Ken Kojio
三田 一樹	三井化学㈱	オレフィン系エラストマー/樹脂ブレンドアロイに関する新技術	なし	29299	口頭/ポスター発表	成形加工シンポジウム'14	2014 11/14~11/15	2014A7217	Nakatsuji Ryo Arino Mitsunao Hosoya Mikio Mita Kazuki Uchida Kiminori Ichino Kotaro
三田 一樹	三井化学㈱	エチレン-ブテン-ジエン共重合体の特長とその応用	なし	29300	口頭/ポスター発表	成形加工シンポジウム'14	2014 11/14~11/15	2011B7270 2012A7219	Noguchi Yuji Ishii Yuji Sakai Tatsuya Ichino Kotaro Mita Kazuki
伊崎 健晴	三井化学㈱	押出フィルムの相対結晶化度分布の予測と実測	なし	29303	口頭/ポスター発表	成形加工シンポジウム'14	2014 11/14~11/15	2011B3209 2012B3209 2012B7269	Isaki Takeharu Okumura Hiroshi Uchida Kiminori Mita Kazuki

2014年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
伊崎 健晴	三井化学㈱	Construction of the prediction model for relative crystallinity distribution of the cast film with induction time	なし	29304	口頭/ポスター発表	Asian Workshop on Polymer Processing	2014 11/17~11/20	2011B3209 2012B3209 2012B7269	Isaki Takeharu Okumura Hiroshi Uchida Kiminori Mita Kazuki
小椎尾 謙	九州大学	Healing Property of Thermoplastic Elastomers after Mechanical Deformation using a Synchrotron X-ray Small-angle Scattering Technique	なし		口頭発表	The 10th SPSJ International Polymer Conference (IPC 2014)	2014/12/3		Ken Kojio
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SANS/SAXSによるフェノール樹脂硬化過程のゲル化メカニズム解析	なし	28641	口頭/ポスター発表	日本中性子科学会 第14回 年会	2014 12/11~12/12	2014A7201 2014A7210 2014A7211 2014B7251 2014B7260 2014B7261	Izumi Atsushi Shudo Yasuyuki Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
小椎尾 謙	九州大学	局所動的X線回折に基づく結晶性高分子の力学物性評価	なし		口頭発表	第28回日本放射光学学会年会・放射光科学合同シンポジウム JSR 2015	2015/1/12		小椎尾 謙 大池 浩貴 野崎 修平 小松 拓也 本九町 卓 吉永 耕二 増永 啓康 高原 淳
野崎 修平	九州大学	2級水酸基を有するエステル系ポリオールを基材としたセグメント化ポリウレタンの凝集構造と力学物性の関係	なし		口頭発表	日本化学会 第95回春季年会	2015/3/26		野崎 修平 本九町 卓 吉永 耕二 平井 智康 榎垣 勇次 小椎尾 謙 高原 淳
下北 啓輔	日東電工	Development of Simultaneous Measurement System of SAXS/WAXD and Thickness of Coating Films during Film Formation by Solvent Evaporation	なし	26067	原著論文	誌名: Journal of Applied Crystallography 巻: 47 号: 1 発行年: 2014 頁: 476-481		2012A7216 2012B7266 2013A7216	Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa Ogawa Hiroki Yamamoto Katsuhiko
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Solvent Annealing Induced Perpendicular Orientation of Microdomains in Block Copolymer Thin Films 溶媒アニールによるブロック共重合体薄膜中のミクロ相分離構造の垂直配向化	なし	26050	原著論文	誌名: 高分子論文集 (Japanese Journal of Polymer Science and Technology) 巻: 71 号: 3 発行年: 2014 頁: 104-111		2010A7225 2010B7271 2011A7217 2012A7216 2012B7266 2013A7216	Yamamoto Katsuhiko Ohara Koji Cui Guanghui Tanaka Ryo Shimada Daiki Nagano Shusaku Sano Masami Sakurai Shinichi Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Perpendicular Oriented Cylinders via Directional Coalescence of Spheres Embedded in Block Copolymer Films Induced by Solvent Annealing	なし	26005	原著論文	誌名: Polymer 巻: 55 号: 6 発行年: 2014 頁: 1601-1608		2010A7225 2010B7271 2011A7217 2011B7267 2012A7216 2012B7266	Cui Guanghui Fujikawa Masamichi Nagano Shusaku Sano Masami Takase Hiroshi Miyazaki Tsukasa Sakurai Shinichi Yamamoto Katsuhiko
和泉 篤士	住友ベークライト	Small Angle X-ray and Neutron Scattering Analysis of Phenolic Resins 小角中性子散乱法および小角X線散乱法によるフェノール樹脂の構造解析	なし	25928	単行本	誌名: ゲルの安定化と機能性付与・次世代への応用開発 巻: 号: 発行年: 2013 頁: 275-281		2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262 2013A7212 2013B7260	Izumi Atsushi
和泉 篤士	住友ベークライト	Structural Analysis of Cured Phenolic Resins using Complementary SANS and SAXS SANSおよびSAXSによるフェノール樹脂硬化物の構造解析	なし	25927	総説	誌名: 波紋 (日本中性子科学会誌, Hamon) 巻: 24 号: 1 発行年: 2014 頁: 11-14		2010B7266 2011A7212 2011B7261	Izumi Atsushi Nakao Toshio Iwase Hiroki Shibayama Mitsuhiro
岸本 浩通	住友ゴム	Pinhole-Type Two-Dimensional Ultra-Small-Angle X-ray Scattering on the Micrometer Scale	なし	25617	原著論文	誌名: Journal of Synchrotron Radiation 巻: 21 号: 1 発行年: 2014 頁: 1-4		2012B7260	Kishimoto Hiroyuki Shinohara Yuya Suzuki Yoshio Takeuchi Akihisa Yagi Naoto Amemiya Yoshiyuki
奥田 浩司	京都大学 (住友ベークライト)	Grazing-Incidence Small-Angle X-ray Scattering from Ge Nanodots Self-Organized on Si(001) Examined with Soft X-rays	なし	25601	原著論文	誌名: Journal of Synchrotron Radiation 巻: 21 号: 1 発行年: 2014 頁: 161-164		2011A7297 2012B1950	Yamamoto Takayoshi Okuda Hiroshi Takeshita Kohki Usami Noritaka Kitajima Yoshinori Ogawa Hiroki
高西 陽一	京都大学 (キャノングループ)	ナノエマルジョン中における1次元層状秩序とエマルジョン間の液晶分子拡散過程	なし	41890	口頭発表	2014年日本液晶学会討論会 (くにびきメッセ)		2012B7255 2013A7205 2013B7255 2014A7205	坊野 慎治 横山 昌幸 高西 陽一 山本 潤
高西 陽一	京都大学 (キャノングループ)	Novel Layer modulate Smectic C Phase in Liquid Crystal with a Terminal Hydroxyl Group	なし	41746	原著論文	Phys. Rev. E 89 (2014) 042503		2012A7205 2012B7255	木本 泰裕 西澤あゆみ 高西 陽一 吉澤 篤 山本 潤

2014年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
高西 陽一	京都大学 (キャノングループ)	Local Orientational Analysis of Helical Filaments and Nematic Director in a Nano-scale Phase Separation Composed of Rod-like and Bent-core Liquid Crystals using Small- and Wide-angle X-ray Microbeam Scattering	なし	41711	原著論文	J. Phys. Chem. B, 118 (2014) 3998-4004		2010A7205	高西 陽一 八尾 晴彦 深澤 拓也 江間 健司 大塚 洋子 高橋由美子 山本 潤 竹添 秀男 飯田 厚夫
三田 一樹	三井化学㈱	一軸伸長変形下におけるポリエチレンの不均一密度揺らぎに関する研究	なし	29298	原著論文/博士論文/査読付プロシードィングス	誌名: 高分子論文集 巻: 71 号: 11 発行年: 2014 頁: 573-579	2014	2008B1538 2014A7217	Mita Kazuki Fuji Sumiaki Nishitsuji Shotaro Takenaka Mikhito
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SANSおよびSAXSによるフェノール樹脂成形品の高次構造解析	あり	28643	原著論文/博士論文/査読付プロシードィングス	誌名: 成形加工 巻: 26 号: 10 発行年: 2014 頁: 464-467	2014	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262	Izumi Atsushi
福谷 実希	住友ベークライト㈱	Enhanced oxygen barrier property of poly(ethylene oxide)films crystallite-oriented by adding cellulose single nanofibers	あり	28645	原著論文/博士論文/査読付プロシードィングス	誌名: Polymer 巻: 55 号: 22 発行年: 2014 頁: 5843-5846	2014	2011A7211 2011A7212 2011B7261 2011B7262 2012A7212 2012B7261	Fukuya Miki Senoo Kazunobu Kotera Masaru Yoshimoto Mamoru Sakata Osamu
山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	Macroscopic Alignment of Cylinders via Directional Coalescence of Spheres along Annealing Solvent Permeation Directions in Block Copolymer Thick Films	あり	27403	原著論文	Macromolecul es,47,(2014)5989-5999	2014	2010A1180 2012A7216 2012B7266 2013A7216 2013B7264	Cui Guanghui Fujikawa Masamichi Nagano Shusaku Shimokita Keisuke Miyazaki Tsukasa Sakurai Shinichi Yamamoto Katsuhiko
鎌田 洋平	クラレ	Hydration and Ordering of Lamellar Block Copolymer Films under Controlled Water Vapor	なし		原著論文	Macromolecules 巻: 47 号: 24 発行年: 2014 頁: 8682-8690	2014	2011B7256 2012A7207	Yohei Kamata Andrew J. Parnell Philipp Gutfreund Maximilian W. A. Skoda Andrew J. C. Dennison Robert Barker Shaomin Mai Jonathan R. Howse Anthony J. Ryan Naoya Torikai Masami Kawaguchi Richard A. L. Jones
高橋 功	関西学院大学	Melting and beta to alpha transition behavior of beta-PBA and the beta-PBA/PVPh blend investigated by synchrotron SAXS and WAXD	あり	27567	原著論文/博士論文/査読付プロシードィングス	誌名: RSC Advances 巻: 4 号: 74 発行年: 2014 頁: 39101-39109	2014	2010B7254	Sun Xiaoli Liu Junteng Takahashi isao Yan Shouke
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SANS/SAXSによるフェノール樹脂の構造解析	なし	28642	口頭/ポスター発表	平成26年度 ソフトマター中性子散乱研究会	2015/3/12	2010B7266 2011A7212 2011B7261 2012A7211 2012B7262 2013A7212 2013B7260	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
彦坂 正道	広島大学 (ブリヂストングループ)	高分子伸長結晶化によるナノ配向結晶(NOC)生成と高性能化	なし	なし	招待講演	第50回夏期講座「基礎研究に基づいたゴム技術イノベーション」	2014 11/17~11/18	2014A7216 2014B7265	彦坂 正道
岡田 一幸	株式会社リサーチセンター (東レグループ)	Orientated Structure of Uniaxially Rolled Poly(ethylene terephthalate) Film	なし	28380	原著論文/博士論文/査読付プロシードィングス	高分子論文集 (Japanese Journal of Polymer Science and Technology) 巻: 11 号: 71 発行年: 2014 頁: 593-600	1905/7/6	2011A7215 2011B7265 2013B7263 2014A7213	Okada Kazuyuki Nakada Masaru Higashioji Takuji Takahashi Kenta Ohkoshi Yutaka Kanaya Toshiji
野村圭一郎	東レ㈱	高分子混合系での反応誘起相分離過程の解析 -実験および計算機シミュレーションによる非透過冷却下における相分離ダイナミクス-	なし		口頭発表	第63回高分子討論会(特定テーマ)	2014/9/24	2013A7215 2013B7263	野村圭一郎 小林 定之
鎌田 洋平	㈱クラレ	両親媒性高分子の膨潤過程での秩序構造形成評価	なし	未登録	口頭/ポスター発表	平成26年度 ソフトマター中性子散乱研究会	2015/3/12	2011B7256 2012A7207 2013B7256	Yohei Kamata
鎌田 洋平	㈱クラレ	両親媒性ブロック共重合体薄膜の膨潤・乾燥過程における秩序構造形成と構造変化	なし	未登録	学位論文		2015/3	2011B7256 2012A7207 2013B7256	Yohei Kamata
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Application of X-ray Photon Correlation Spectroscopy to Nanoparticles in Rubber	なし	未登録	招待講演	NSRRC User's meeting	2014/9	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	Yuya Shinohara
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	Spatio-temporal Structure of Filler Nanoparticles in Styrene-Butadiene Rubber	なし	未登録	口頭発表	ACS Colloid & Surface Symposium 2014	2014/6	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	Yuya Shinohara Hiroyuki Kishimoto Yoshiyuki Amemiya

2014年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	ヘテロダイナミクスを用いた延伸ゴム中のナノ粒子ダイナミクス観測	なし	未登録	ポスター発表	日本放射光学会年会	2015/1	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	山本奈央子 篠原 佑也 岸本 浩通 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	タイヤ用ゴムの構造とダイナミクス研究	なし		口頭発表	SPRUC拡大研究会・Spring-8利用ワークショップ	2014/2/1~2/2	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	岸本 浩通 篠原 佑也 間下 亮 増井 友美 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	X線光子相関分光法(XPCS)によるゴム材料のダイナミクス計測と実用化材料設計	なし		招待講演	Spring-8/SACLAコンファレンス2014	2014/12/1	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	岸本 浩通 篠原 佑也 雨宮 慶幸
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	マルチスケールシミュレーションと量子ビームを活用した高分子材料研究	なし		招待講演	ポリマーフロンティア21	2014/3/14	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	放射光小角X線回折を活用したゴム開発	なし		特別企画講演	日本化学会 第94回春季年会	2014/3/30	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業㈱	Spring-8/中性子を活用した低燃費タイヤの開発	なし		招待講演	日本分析化学会 特別公開シンポジウム	2014/9/17	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259	岸本 浩通

2015年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
内田 公典	三井化学㈱	一軸延伸アイソタクチックポリプロピレンの周波数変調検出方式原子間力顕微鏡による観察	なし	29309	口頭/ポスター発表	日本学術振興会 ナノプロープテクノロジー167委員会 第78回研究会	2015/4/22	2013A7218	Uchida Kiminori
鎌田 洋平	㈱クラレ	両親媒性高分子薄膜の膨潤過程での秩序構造形成	なし	未登録	依頼講演	15-1ポリマーフロンティア21	2015/4/23	2011B7256 2012A7207 2013B7256	Yohei Kamata Andrew Parrell Naoya Torikai Richard Jones
野崎 修平	九州大学	動的mビームX線回折測定に基づく結晶性高分子の局所粘弾性挙動解析	なし		ポスター発表	レオロジー学会 2015年通常総会および第42年会	2015/5/13		野崎 修平 小椎尾 謙 高原 淳
小椎尾 謙	九州大学	ポリウレタンエラストマーのミクロドメイン構造力学変形後修復性へ一次影響	なし		ポスター発表	レオロジー学会 2015年通常総会および第42年会	2015/5/13		小椎尾 謙 野崎 修平 高原 淳
野口三紀子	住友ベークライト㈱	レニウム錯体含有垂直シリンドラー型マイクロ相分離構造のGI-SAXSによる構造解析	なし	29772	口頭/ポスター発表	第64回高分子学会年次大会	2015/5/27~5/29	2014A7210 2014B7260	Noguchi Mikiko Wakabayashi Midori Izumi Atsushi Maeda Haruhiko Gondo Satoshi Tanio Yoshiaki Asaoka Sadayuki
小椎尾 謙	九州大学	ポリウレタンエラストマーの力学変形後のミクロドメイン構造回復挙動に及ぼす印加ひずみの影響	なし		口頭発表	第64回高分子学会年次大会	2015/5/28		小椎尾 謙 野崎 修平 高原 淳
小椎尾 謙	九州大学	高分子固体の動的・静的破壊挙動の解析法の開発	なし		口頭発表	第64回高分子学会年次大会	2015/5/28		高原 淳 渡邊 宏臣 平井 智康 楢垣 勇次 小椎尾 謙 (高原先生の代理発表)
野崎 修平	九州大学	動的X線回折法に基づく結晶性高分子固体の局所力学物性評価法の確立	なし		ポスター発表	第64回高分子学会年次大会	2015/5/28		野崎 修平 小椎尾 謙 高原 淳
小椎尾 謙	九州大学	バルジ試験法に基づく高分子膜の分子鎖凝集構造と物性の関係	なし		ポスター発表	第64回高分子学会年次大会	2015/5/28		河原 圭 野崎 修平 Hsieh Ya-Ting 嵯山 博文 渡邊 宏臣 楢垣 勇次 小椎尾 謙 高原 淳
大越 豊	東レ	Poly(ethylene terephthalate)の繊維構造形成におよぼす巻取速度およびレーザー紡糸の影響			口頭発表	プラスチック成形加工学会年次大会 成形加工, 15:B-214	2015/6/3	2013B7263	富澤 鎌 菅原 昂亮 伊香賀敏文 金慶 孝 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
大越 豊	東レ	Polypropyleneの繊維構造形成における紡糸速度依存性			ポスター発表	繊維学会年次大会 繊維学会予稿集2015 DVD, 70-1:2P210	2015/6/10	2014B7263	小池 直輝 富澤 鎌 菅原 昂亮 伊香賀敏文 金慶 孝 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 勝田 大士 増田 正人 船津 義嗣
大越 豊	東レ	Poly(phenylene sulfide)の繊維構造形成における紡糸速度依存性			ポスター発表	繊維学会年次大会 繊維学会予稿集2015 DVD, 70-1:2P221	2015/6/10	2014B7263	駒村 高大 富澤 鎌 菅原 昂亮 伊香賀敏文 金慶 孝 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 勝田 大士 増田 正人 船津 義嗣
三田 一樹	三井化学㈱	小角中性子散乱法を用いたポリオレフィンの架橋構造に関する研究	なし	29302	口頭/ポスター発表	茨城県中性子利用促進研究会 平成27年度第1回小角散乱分科会	2015/7/8	2011B7270 2012A7219 2010A7229 2010B7274 2011A7220 2012B7269	Mita Kazuki

2015年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	Gelation and cross-link inhomogeneity of phenolic resins studied by small-angle X-ray scattering and 1H-pulse NMR spectroscopy	あり	28644	原著論文/博士論文/査読付ブローディングス	Polymer	2015	2013A7201 2013A7212 2013A7213 2013B7251 2013B7260 2013B7261	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
浅田 光則	㈱クラレ	結晶性高分子薄膜中のナノ吸着層の構造と結晶化への影響	あり	29739	口頭/ポスター発表	第146回ポータル会	2015	2013A7206 2014A7206	Mitsunori Asada Maya K. Endoh Tadanori Koga
浅田 光則	㈱クラレ	高分子薄膜の結晶化に対するナノ吸着層の効果	あり	29738	口頭/ポスター発表	第45回繊維学会夏季セミナー	2015	2013A7206 2014A7206	Mitsunori Asada
津村 佳弘	㈱クラレ	SANSを用いた高分子ラメラ結晶の評価検討	なし	未登録	口頭/ポスター発表	茨城県中性子利用促進研究会 平成27年度第1回小角散乱分科会	2015/7/8	2015A7206	Yoshihiro Tsumura Seisuke Inada Mitsunori Asada Yohei Kamata Tatsuya Ozono Shinji Nakai Yoshihisa Tsuji
小椎尾 謙	九州大学	放射光X線を用いた高分子材料の構造解析	なし		口頭発表	第60回 高分子夏期大学	2015/7/10		小椎尾 謙
廣澤 和	東京大学物性研究所 (三井化学株)	亜リン酸型イオン液体中におけるセルロースの溶存構造	なし	29760	修士論文	誌名: Master Thesis (The University of Tokyo) 発行年: 2015	2015	2014A7210	Hirosawa Kazu
丸山 真範	昭和電工	耐衝撃ポリプロピレン材料の透明性発現要因の解明	なし		口頭/ポスター発表	物質構造解析研究会第7回討論会	2015/8/21	2013A7207 2013B7207	丸山 真範 水谷 容子 梶岡 寛 坂井 和彦 田頭 克春 岡田 聖香 彦坂 正道
小椎尾 謙	九州大学	Rheo-Optical Analysis of Polymer Materials Using a Synchrotron Radiation X-ray Scattering Technique	なし		口頭発表	Japan-Taiwan Bilateral Polymer Symposium 2015 (JTBP 2015)	2015/9/4		Ken Kojio
中沢 寛光	関西学院大学	Development of model lipid membranes to elucidate the role of stratum corneum intercellular lipid lamellar structures in the skin barrier function.	なし	29786	ポスター発表	29th Conference of the European colloid and interface society	2015/9/6	2014A7203	中沢 寛光 加藤 知
高西 陽一	京都大学 (キャンパグループ)	ナノミセルコアに閉じ込められた液晶の層秩序			ポスター発表	2015年日本液晶学会討論会 (東京工業大学)	2015/9/7		坊野 慎治 高西 陽一 山本 潤
高西 陽一	京都大学 (キャンパグループ)	液晶分子の拡散に伴う液晶ナノエマルジョンの層構造の変化			口頭発表	2015年日本液晶学会討論会 (東京工業大学)	2015/9/8		坊野 慎治 高西 陽一 山本 潤
高西 陽一	京都大学 (キャンパグループ)	The mobility of liquid crystalline molecules in the core of nanoemulsion droplets			口頭発表	16th Optics of Liquid Crystals (Sopot, Poland)	2015/9/15		Shinji Bono Yoichi Takanishi Jun Yamamoto
城戸 信人	九州大学	放射光X線を用いた電子受容性分子の塗布乾燥過程における凝集構造のダイナミクス評価	なし		口頭発表	第64回高分子討論会	2015/9/15		城戸 信人 小椎尾 謙 平井 智康 高原 淳
野崎 修平	九州大学	動的μビームX線構造解析法に基づく結晶性高分子膜の動的変形下における球晶内外の変形挙動	なし		口頭発表	第64回高分子討論会	2015/9/16		野崎 修平 小椎尾 謙 高原 淳 増永 啓康 青山 光輝
中沢 寛光	関西学院大学	電子線回折法及びX線回折法を用いた皮膚角層の構造解析	なし	29785	招待講演	第4回関西ものづくり技術シーズ発表会	2015/10/1	2014B7253	中沢 寛光
大越 豊	東レ	Fiber structure development in PS/PET sea-island conjugated fiber during continuous laser drawing			原著論文	Polymer, accepted	2015/10/2	2012B7265	K. Sugawara T. Ikaga K. H. Kim, Y. Ohkoshi K. Okada H. Masunaga T. Kanaya M. Masuda and Y. Maeda
大越 豊	東レ	ポリエチレンテレフタレート(PET)の繊維構造形成におよぼす製造条件の影響 (2) 紡糸条件の効果			口頭発表	繊維学会秋季大会 繊維学会予稿集, 70-2 2015	2015/10/22	2013B7263	富澤 鎮 伊香賀敏文 金慶 孝 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平

2015年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	Spring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
大越 豊	東レ	ポリエチレンテレフタレート(PET)の繊維構造形成におよぼす製造条件の影響 (1) 延伸倍率の効果			口頭発表	繊維学会秋季大会 繊維学会予稿集, 70-2 2015	2015/10/22	2013B7263	富澤 鎮 伊香賀敏文 金慶 孝 大越 豊 岡田 一幸 増永 啓康 金谷 利治 増田 正人 前田 裕平
高原 淳	九州大学 (デンソー)	Molecular Aggregation States and Wetting Behavior of a Poly [2-(perfluorooctyl) ethyl acrylate] Brush-Immobilized Nano-imprinted Surface	なし		原著論文	Polymer 巻: 69, pp. 10-16 (2015)	2015		Takamichi Shinohara Yuji Higaki Shiki Nojima Hiroyasu Masunaga Hiroki Ogawa Yasushi Okamoto Takashi Aoki Atsushi Takahara
高原 淳	九州大学 (DIC)	Surface Functionalization of Electrospun Poly (butylene terephthalate) Fibers by Surface - Initiated Radical Polymerization	なし		原著論文	Macromolecular Chemistry and Physics 巻: 216 号: 10, pp. 1103-1108	2015	2012A7228	Yuji Higaki Hirofumi Kabayama Di Tao Atsushi Takahara
中沢 寛光	関西学院大学	極低照射量電子線回折法および放射光X線回折法によるヒト皮膚角層微細構造と水分透過性の関係解析	なし	29783	学位論文	関西学院大学理工学研究科 博士論文	2015	2014B7253	中沢 寛光
加藤 知	関西学院大学	ヒト皮膚角層の構造と物質透過性	なし	29784	総説	オレオサイエンス 巻: 15 号: 11 発行年: 2015	2015	2015A7203	中沢 寛光
北村 祐二	㈱ブリヂストン	天然ゴムの伸長結晶化の歪み速度依存性とメカニズム解明	なし	29782	口頭/ポスター発表	第64回高分子討論会	2015/9/15	2010A7216 2010A7226 2010B7272 2011A7218 2011B7268 2012A7217 2012B7267 2013A7217 2013B7265 2014A7216 2014B7265	Kitamura Yuji Okada Kiyoka Masunaga Hiroyasu Hikosaka Masamichi
野口三紀子	住友ベークライト㈱	レニウム錯体含有垂直シリンドラ型マイクロ相分離構造のGI-SWAXS, AFM, TEMによる構造解析	なし	29773	口頭/ポスター発表	第64回高分子討論会	2015 9/15~9/17	2014A7210 2014B7260 2015A7210	Noguchi Mikiko Wakabayashi Midori Izumi Atsushi Maeda Haruhiko Gondo Satoshi Tanio Yoshiaki Asaoka Sadyuki
野村圭一郎	東レ㈱	"ナノアロイ"技術による熱硬化性樹脂の高性能化と相分離過程の解析	なし		口頭/ポスター発表	日本化学会 第95春季年会	2015/3/28	2013A7215 2013B7263	野村圭一郎 小林 定之
板東 晃徳	住友化学株	Macroscopically Homogeneous Deformation in Injection Molded Polypropylene Induced by Annealing Studied with Microbeam X-ray Scattering		29093	原著論文/博士論文/査読付ブローディングス	Polymer	2015	2011B7259 2013B7258	Matui Kazuya Bando Akinori Sakurai Takashi Shinohara Yuya Manuyama Toshiya Masunaga Hiroyasu Amemiya Yoshiyuki
板東 晃徳	住友化学株	Microscopic Deformation Behavior of Hard Elastic Polypropylene during Cold-Stretching Process in Fabrication of Microporous Membrane as Revealed by Synchrotron X-ray Scattering		29094	原著論文/査読付ブローディングス	Polymer	2015	2013A7209	Matsui Kazuya Hosaka Nao Suzuki Kenichiro Shinohara Yuya Amemiya Yoshiyuki
和泉 篤士	住友ベークライト㈱	SAX/WAXSによるフェノール樹脂硬化初期過程のゲル化メカニズム解析	なし	29774	口頭/ポスター発表	第65回ネットワークポリマー講演討論会	2015 10/7~10/9	2014A7210 2014B7260	Izumi Atsushi Nakao Toshio Shibayama Mitsuhiro
三田 一樹	三井化学株	オリゴマーを用いたスチレン系ブロックポリマー改質(1) ~エチレン・・・オレフィン・オリゴマーによる圧縮永久歪の改良~	なし	未登録	口頭/ポスター発表	成形加工シンポジウム'15	2015 11/2~11/3	2014B7266 2015A7216	Kamiya Nozomi Uchida Kiminori Mita Kazuki
三田 一樹	三井化学株	メタロセンEPDMの架橋構造と物性	なし	未登録	口頭/ポスター発表	成形加工シンポジウム'15	2015 11/2~11/3	2013B7266 2015A7216	Kikuchi Yoshiharu Shishido Keisuke Arino Yasuhiro Ichino Koutaro Uchida Kiminori Mita Kazuki
三田 一樹	三井化学株	散乱法を用いたメタロセンEPDMの構造解析とその物性	なし	未登録	口頭/ポスター発表	第27回エラストマー討論会	2015 12/3~12/4	2013B7266 2015A7216	Mita Kazuki Uchida Kiminori Shishido Keisuke Arino Yasutaka Kikuchi Yoshiharu Ichino Koutaro

2015年度 連合体メンバー 成果発表一覧

担当者	所属	題名	添付資料	SPring-8 成果登録 No.	発表形式	発表先	発表日	課題 ナンバー	著者名
篠原 佑也	東京大学(住友ゴム)	Does a low-q upturn in ultra-small-angle X-ray scattering reflect material's structure?	なし	未登録	口頭発表	SAS2015 @ Berlin, Germany	2015/9	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	Yuya Shinohara Yoshiyuki Amemiya
篠原 佑也	東京大学(住友ゴム)	ソフトマターを対象とした時間分解小角X線散乱測定技術と構造研究	なし	未登録	招待講演	日本結晶学会年会	2015/1	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	Yuya Shinohara
篠原 佑也	東京大学(住友ゴム)	Structure and Dynamics of Silica Aggregates in Uniaxially Stretched Rubber	なし	未登録	招待講演	Structure and Dynamics of Polymer Nanocomposite @ Montellier, France	2015/6	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	Yuya Shinohara
篠原 佑也	東京大学(住友ゴム)	Local Rearrangement of Silica Particles in Swollen Rubber induced by X-ray Irradiation	なし	未登録	招待講演	SRPS6 @ Madrid, Spain	2015/9	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	Yuya Shinohara
篠原 佑也	東京大学(住友ゴム)	Anomalous Small-Angle X-ray Scattering of Rubber at Sulfur K-edge	なし	未登録	招待講演	AsCA2015 @ Kolkata, India	2015/12	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	Yuya Shinohara Hiroyuki Kishimoto Yoshiyuki Amemiya
岸本 浩通	住友ゴム工業株	Development of Environmentally-friendly Tire using Synchrotron Radiation and Simulation	なし		招待講演	JAPAN NANO 2015	2015/1/30	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	NHKワールド[Science View]	なし		取材	NHKワールド[Science View]	2015/5/16	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	岸本 浩通 篠原 佑也
岸本 浩通	住友ゴム工業株	放射光・中性子・シミュレーション連携活用による高性能タイヤ材料開発	なし		口頭発表	計算科学勉強会	2015.2.21	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259	岸本 浩通
岸本 浩通	住友ゴム工業株	新材料開発技術「ADVANCED 4D NANO DESIGN」が完成	なし		プレスリリース	東京モーターショー 2015	2015/10/29	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259 2015A7209 2015B7259	住友ゴム工業
岸本 浩通	住友ゴム工業株	SPring-8・J-PARC・スーパーコンピュータ「京」を連携活用させたタイヤ用新材料開発技術「ADVANCED 4D NANO DESIGN」を確立 ー 低燃費性能・グリップ性能に加え耐摩耗性能200%のタイヤ ー	なし		プレスリリース	プレス発表	2015/11/12	2012A7210 2012B7260 2013A7210 2013B7259 2014A7209 2014B7259 2015A7209 2015B7259	住友ゴム工業株式会社 国立研究開発法人 理化学研究所 放射光科学総合研究センター 公益財団法人 高輝度光科学研究センター 国立研究開発法人 日本原子力研究開発機構 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構 J-PARCセンター 一般財団法人 総合科学研究機構 東京大学大学院新領域創成科学研究科

受賞等一覧

日付	賞など	受賞者	所属	内容
2010.10.13	ネットワークポリマー講演討論会 ベストポスター賞	妹尾 政宣	住友ベークライト	放射光を利用したナノ粒子光充填ネットワークの分散構造の解明
2010	Polymer Journal論文賞ー日本ゼオン賞	岡田 聖香	広島大学 (昭和電工グループ)	Elongational crystallization of isotactic polypropylene forms nano-oriented crystals with ultra-high performance (Polym. J., 42, 464(2010))
2011	Polymer Journal論文賞ー日本ゼオン賞	小椎尾 謙	長崎大学 (昭和電工グループ)	Simultaneous small-angle X-ray scattering/wide-angle X-ray diffraction study of the microdomain structure of polyurethane elastomers during mechanical deformation (Polym. J., 43, 692(2011))
2011.7	第43回化学関連支部合同九州大会 繊維化学部門ポスター賞	岡崎 亮輔	九州大学 (デンソーグループ)	メタクリル酸メチル(MMA)と植物由来モノマーの共重合によるアクリル樹脂の耐熱化と分子特性解析
2011.8	The 2011 Gordon Research Conference on X-ray Science Poster Award	篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	
2011.9	平成23年度繊維学会秋季研究発表会 若手ポスター賞	篠原 貴道	九州大学 (DICグループ)	高分子薄膜に形成した '埋もれた' 微細構造の散乱手法による精密構造評価
2011.9	242nd ACS National Meeting, WILLEY-VCH Award 2011 For The Best Poster Presentation	山口 央基	九州大学 (デンソーグループ)	Effect of molecular weight distributions of poly(perfluoroalkyl) acrylate brush on molecular aggregation states
2011.1	産学連携活動表彰 経済産業大臣賞	高原 淳	九州大学 (デンソーグループ)	自動車の軽量化に貢献するエンジニアプラスチック接着技術
2011.10.12	ネットワークポリマー講演討論会 ベストプレゼンテーション賞	和泉 篤士	住友ベークライト	フェノール樹脂硬化物における密度揺らぎの検証
2012.5.24	日本ゴム協会若手優秀発表賞 日本ゴム協会2012年年次大会	山口謙一郎	京都大学 (横浜ゴムグループ)	GI-SAXSによるジブロックポリマー薄膜の秩序化過程に関する研究
2012.5.24	日本ゴム協会第59回優秀論文賞	竹中 幹人	京都大学 (横浜ゴムグループ)	
2012.10.10	ラジオ出演	高原 淳	九州大学 (デンソーグループ、三井化学グループ、DICグループ)	NHK第一ラジオ 「私も一言! タフニュース」 「ここに注目!」 「自然はハイテクの玉手箱」 (18:30-18:45)
2012.11.15	GISAS2012, Kyoto Excellent Poster Award	篠原 貴道	九州大学 (DICグループ)	Characterization of Nano-imprinted Structure on Polymer Film by Grazing-Incidence Small angle X-ray Scattering
2012.12	ひょうごSPring-8賞	岸本 浩通	住友ゴム工業	低燃費タイヤ開発への貢献
2013.1	日本放射光学会奨励賞	篠原 佑也	東京大学 (住友ゴムグループ)	X線光子相関分光法を用いたゴム中のナノ粒子ダイナミクスの観察
2013.4.22	日本レオロジー学会賞	高原 淳	九州大学 (デンソーグループ)	ソフトマテリアルの界面ダイナミクスと力学的性質に関する研究
2013.6	繊維学会賞	田中 敬二	九州大学 (DICグループ)	固体界面における高分子の凝集状態と熱運動特性に関する研究
2013.10.22	第37回合成樹脂工業協会学術奨励賞	和泉 篤士	住友ベークライト	フェノール樹脂の架橋不均一性解明に関する研究
2014.5	日本ゴム協会 第7回CERI若手奨励賞	山本 勝宏	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	微小角入射小角X線散乱法によるソフトマテリアル薄膜の相分離構造解析と相分離構造配向制御
2014.6	第40回繊維学会賞	戸木田雅利	東京工業大学 (昭和電工グループ)	高分子液晶の構造とダイナミクスに関する研究
2014.6	平成26年度繊維学会年次大会ポスター賞	城戸 信人	九州大学 (DICグループ)	側鎖型電子受容性高分子の合成と薄膜状態における高次構造解析
2014.6	平成26年度繊維学会年次大会ポスター賞	梶山 博文	九州大学 (デンソーグループ)	電界紡糸ポリブチレンテレフタレート微細繊維の結晶構造
2014.10	第63回高分子討論会 優秀ポスター賞	城戸 信人	九州大学 (DICグループ)	側鎖型ヘリンジミド含有高分子の放射光測定に基づく階層構造評価
2014.12	アメリカ化学会 FLUOROPOLYMER 2014 Outstanding Contribution and Innovation in Fluoropolymer Science	高原 淳	九州大学 (デンソーグループ、三井化学グループ、DICグループ)	Outstanding Contribution and Innovation in Fluoropolymer Science
2014.12.4	第26回エラストマー討論会 ポスター優秀発表賞	松田 明倫	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	ジブロック共重合体薄膜中における垂直配向化シリンドラー構造の膜厚方向の深さ依存性
2014.12.4	第26回エラストマー討論会 優秀発表賞	斎藤 樹	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	鉄イオンをドーパしたポリスチレン-b-ポリ2-ビニルピリジン薄膜の自発的配向化メカニズムの考察
2014.12	アメリカ物理学会フェロー (American Physical Society, Fellow)	高原 淳	九州大学 (デンソーグループ、三井化学グループ、DICグループ)	
2015.3.12	2014年度矢崎学術賞	岩田 忠久	東京大学 (帝人グループ)	高耐熱性バイオマスプラスチックの開発と応用に関する研究
2015.3.13	京都若手ソフトマター研究会 ポスター賞	坊野 慎治	京都大学 (キャノングループ)	ナノセルに閉じ込められた液晶の層秩序
2015.3.17	物構研サイエンスフェスタ2014学生奨励賞	斎藤 樹	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	低エネルギー X線を用了斜入射小角X線散乱法による高分子薄膜の深さ分解構造解析
2015.4	日本接着学会 奨励賞	平井 智康	九州大学 (DICグループ)	高分子界面の精密設計と分子間相互作用の制御
2015.4.23	平成27年度長瀬研究振興賞	岩田 忠久	東京大学 (帝人グループ)	微生物産生バイオポリエステルの高分子量化と高性能繊維化
2015.4	第64回高分子学会年次大会 優秀ポスター賞	野崎 修平	九州大学 (昭和電工グループ、デンソーグループ)	動的X線折法に基づく結晶性高分子固体の局所力物性評価法の確立
2015.6	平成27年度繊維学会年次大会 若手優秀発表賞	榎垣 勇次	九州大学 (デンソーグループ)	電界紡糸ポリブチレンテレフタレート繊維の昇温過程時分岐X線構造解析
2015.9.5	東海高分子研究会 学生研究奨励賞	斎藤 樹	名古屋工業大学 (日東電工グループ)	低エネルギー X線を用了斜入射小角X線散乱法によるジブロック共重合体の薄膜中における相分離構造の配向挙動に関する調査
2015.3.28	日本化学会第95回春季年会 優秀講演賞(学術)	野村圭一郎	東レ株式会社	"ナノアロイ"技術による熱硬化性樹脂の高性能化と相分離過程の解析
2015.9.7	日本液晶学会討論会 虹彩賞(ポスター賞)	坊野 慎治	京都大学 (キャノングループ)	ナノミセルコアに閉じ込められた液晶の層秩序
2015.1	日本放射光学会 学生発表賞	山本奈央子	東京大学 (住友ゴムグループ)	ヘテロダイナミクスを用いた延伸ゴム中のナノ粒子ダイナミクス観測

FSBL連合体 実験の実績

期	申請 課題数	利用者数 (延べ人数)		SPring-8 総ユーザー マシンタイム	実験時間内訳			
					第1ハッチ 実験	第2ハッチ 実験	BL調整 (立上調整、 緊急利用枠 など)	高度化 プロジェクト
2010A	41	合計	497	249 シフト	50 シフト	142 シフト	45 シフト	12 シフト
		企業メンバー	307	1,992 時間	400 時間	1,136 時間	360 時間	96 時間
		学術メンバー	190		20.1%	57.0%	18.1%	4.8%
2010B	37	合計	467	264 シフト	47 シフト	141 シフト	63 シフト	13 シフト
		企業メンバー	310	2,112 時間	376 時間	1,128 時間	504 時間	104 時間
		学術メンバー	157		17.8%	53.4%	23.9%	4.9%
2011A	31	合計	462	252 シフト	45 シフト	153 シフト	42 シフト	12 シフト
		企業メンバー	284	3,600 時間	360 時間	1,224 時間	336 時間	96 時間
		学術メンバー	178		17.9%	60.7%	16.7%	4.8%
2011B	30	合計	413	246 シフト	54 シフト	147 シフト	35 シフト	10 シフト
		企業メンバー	248	1,968 時間	432 時間	1,176 時間	280 時間	80 時間
		学術メンバー	165		22.0%	59.8%	14.2%	4.1%
2012A	29	合計	400	249 シフト	59 シフト	135 シフト	43 シフト	12 シフト
		企業メンバー	261	1,992 時間	472 時間	1,080 時間	344 時間	96 時間
		学術メンバー	139		23.7%	54.2%	17.3%	4.8%
2012B	30	合計	425	276 シフト	60 シフト	151 シフト	52 シフト	13 シフト
		企業メンバー	250	2,208 時間	480 時間	1,208 時間	416 時間	104 時間
		学術メンバー	175		21.7%	54.7%	18.8%	4.7%
2013A	27	合計	385	227 シフト	44 シフト	129 シフト	42 シフト	12 シフト
		企業メンバー	244	1,816 時間	352 時間	1,032 時間	336 時間	96 時間
		学術メンバー	141		19.4%	56.8%	18.5%	5.3%
2013B	24	合計	378	198 シフト	40 シフト	106 シフト	44 シフト	8 シフト
		企業メンバー	186	1,584 時間	320 時間	848 時間	352 時間	64 時間
		学術メンバー	192		20.2%	53.5%	22.2%	4.0%
2014A	25	合計	414	219 シフト	43 シフト	129 シフト	35 シフト	12 シフト
		企業メンバー	263	1,752 時間	344 時間	1,032 時間	280 時間	96 時間
		学術メンバー	151		19.6%	58.9%	16.0%	5.5%
2014B	25	合計	449	288 シフト	52 シフト	175 シフト	49 シフト	12 シフト
		企業メンバー	280	2,304 時間	416 時間	1,400 時間	392 時間	96 時間
		学術メンバー	169		18.1%	60.8%	17.0%	4.2%
2015A	23	合計	395	258 シフト	36 シフト	158 シフト	52 シフト	12 シフト
		企業メンバー	238	2,064 時間	288 時間	1,264 時間	416 時間	96 時間
		学術メンバー	157		16.4%	72.1%	23.7%	5.5%
2015B	25	合計	416	252 シフト	36 シフト	168 シフト	36 シフト	12 シフト
		企業メンバー	247	2,016 時間	288 時間	1,344 時間	288 時間	96 時間
		学術メンバー	169		12.5%	58.3%	12.5%	4.2%

\* 2015B期は、2015年11月5日現在の実績