

# Newsletter

## Vol.12

### CONTENTS

- FSBL を活用した環境負荷低減に対する取り組み  
住友化学株式会社 板東 晃徳、山口 大輔、濱松 浩
- X線光子相関分光法によるゴム材料中のフィラー運動性評価  
住友ゴム工業株式会社 増井 友美
- FSBL を利用した環境にやさしいポリプロピレンフィルムの開発  
東洋紡株式会社 船城 健一

### TOPICS

- 令和4年度文部科学大臣表彰受賞報告  
九州大学大学院工学研究院応用化学部門  
田中 敬二 教授

**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

## Newsletter Vol.12

FSBL Newsletter 編集委員会

FSBL Newsletter Vol.12 をお届けいたします。

長引くコロナ禍と不安定な世界情勢により、私たちの生活は厳しい状況が続いています。これらの状況を打開するためにも、FSBL での研究活動をより活発に行い、経済成長や人々が暮らしやすい世の中を維持し、より快適な生活を目指すための、技術革新、イノベーションの発展に役立てたいと考えております。

今回は、住友化学グループ、住友ゴムグループ、東洋紡グループの研究成果をご紹介します。

また、令和4年度科学技術分野の文部科学大臣表彰科学技術賞(研究部門)を受賞された、田中敬二先生の受賞研究内容をご紹介します。

このようにFSBLより創出される成果、受賞の内容と若手研究者へのメッセージを、わかりやすくより多くの皆様にお伝えできれば幸いです。

表紙SPRING-8写真：理化学研究所提供

FSBL 連合体 運営委員長 竹中 幹人

コロナウイルスで疲弊した世界にさらなる追い討ちをかけるように、2月から始まったロシアによるウクライナへの軍事侵攻は、ヨーロッパはもとより全世界に大きな禍をもたらしています。今まで巷間で言われていたのは、これからの21世紀の国家間の戦争は、戦車や空母を繰り出し、大砲を打ち合うような戦争ではなく、サイバー空間や経済の面での戦争となっていくということでした。しかし、第二次世界大戦のような人と人との直接的な戦いによる国家間の「(東京大学の小泉先生が言われている)古い戦争」が、この21世紀に実際に起こってしまったということは、私にとってはまだ現実として受け止められていない気がします。さらに戦術核使用が懸念される事態にまで陥っているに至っては、別の世界に来てしまったかの如く感じます。ですが、よく考えて見ると、大きな戦争ではなく各種の紛争は断続的に起こってきたのであり、そのような現実を視界・思考から逸らして来ただけで、大きな古い戦争の勃発によって目を逸らすことが出来なくなっただけのこととも思えます。

化学の分野においても、今まであまり重要視してこなかった、気候変動対応、環境負荷低減、資源有効利用ということからいよいよ目を逸らすことが出来なくなってきました。さらに、化学産業構造そもそもの変革が迫られているような気もしております。

FSBL もいよいよ新しい方向に向かうことになりました。新しい形態への変革により、様々な降りかかる化学業界の困難を乗り切るだけでなく、新たなイニシアチブを取るべく邁進すべきと思っております。そのためにも、参加企業の皆様、連携していただいている大学の先生方にも、より一層のごFSBL 尽力を賜れればと思っております。よろしくお願い申し上げます。

# 令和4年度科学技術分野の文部科学大臣表彰受賞について

九州大学 田中 敬二

令和4年度科学技術分野の文部科学大臣表彰において、科学技術賞（研究部門）を頂戴しました。受賞題目は「高分子の機能化を指向した界面ナノ物性の研究」でございます。業績の内容は、以下の通りで、界面の構造・物性解析において SPring-8BL03XU を用いた成果もその重要な部分となっております。これまで、多くの方々にご指導・ご指導頂けたおかげだと存じます。心より厚くお礼申し上げます。今後も、フロンティアソフトマター開発産学連合ビームライン（FSBL）の発展に貢献できるよう精進してまいります。変わらぬご指導・ご鞭撻を頂けますよう、どうぞ宜しくお願い申し上げます。

## 【受賞の研究内容】

界面における高分子の構造と物性の正確な理解は、次世代型の複合材料やデバイスの設計において必要不可欠である。しかしながら、それらの解析法および解釈の難しさからほとんど検討されておらず、材料・デバイス設計の際に考慮されていなかった。

本研究では、液体ならびに固体界面における高分子緩和ダイナミクスの時空間分布を明らかにし、高分子物性に及ぼす界面効果の普遍性を確立している。また、これらの知見を高分子の局所構造との相関に基づき詳細に解析することで、高分子界面の理解を飛躍的に深化させ、その学理構築に大きく貢献した。

本研究により、異種相界面における高分子のナノ構造の理解および物性制御が実現し、高分子材料の機能化設計指針の確立に成功している。これらの一部は、複合材料やデバイス分野において国内企業へ技術移転され、Society 5.0 の実現へ大きく貢献している。

本成果は、界面接着技術の社会実装を目指す国家プロジェクトにも展開されており、我が国の次世代モビリティ開発における軽量化、ひいては、社会問題である環境負荷低減に寄与することが期待される。



# FSBL を活用した環境負荷低減に対する取り組み

住友化学株式会社 板東 晃徳、山口 大輔、濱松 浩

近年、気候変動問題への対策として温室効果ガス排出量を削減するため、電気自動車（EV）の普及が世界的に加速しています。EV の航続距離向上のため、EV に使用されるリチウムイオン二次電池（LIB）はさらなる高容量化が望まれます。当社は LIB の性能を左右する重要な部材の一つであるポリプロピレン（PP）製セパレータの開発を進めております。セパレータは、正極と負極の接触を防ぎつつ、リチウムイオンを透過させる役割を担うため、LIB の高容量化には透過度の向上が課題でした。FSBL を活用してセパレータの透過度向上の課題に取り組んだ事例を紹介いたします。

セパレータの最終的な多孔構造と透過度は延伸加工条件に大きく影響されます。室温延伸と高温延伸の二段階で行われる延伸過程のうち、特に室温延伸の伸長率が最終的なセパレータの多孔構造と透過度に大きく影響することが知られています。そのメカニズムを明らかにするため、延伸加工プロセスにおける構造変化の解析を検討いたしました。FSBL では非常に高輝度な X 線ビームを利用できるため、高速測定により樹脂の加工過程の解析が可能となります。本研究では、室温延伸過程の時分割小角 X 線散乱（SAXS）と広角 X 線散乱（WAXS）の同時測定を行うことで、室温延伸過程の結晶構造の変化と最終的に得られるセパレータの透過度の関係について調べました。

WAXS 測定において、ひずみが 0.4 を超えたあたりから結晶ピークの半値全幅（FWHM）が急激に増加しました（図 1(a)）。これは結晶の塑性変形が起きていることを示しています。SAXS 測定において、ひずみが 0.1 を超えたあたりからラメラ由来の散乱よりもはるかに強い散乱ピークがみられ、ひずみが 1 程度までボイドが生成・拡大する過程をとらえることができました（図 1(b)）。室温延伸過程でのひずみがそれぞれ 0.1、0.3、0.5 のセパレータフィルムの透過度を評価したところ、ひずみが 0.3 のフィルムが最も良い透過度を示しました。これらの結果から、透過度の向上には室温延伸過程において結晶部の塑性変形を抑制しかつ、ボイドを増やすことが重要であることが分かり、この知見をもとに加工条件の最適化につなげることができました。

今後も FSBL を活用して環境負荷低減に貢献する樹脂材料の開発に取り組み、持続可能な社会の実現に貢献してまいります。

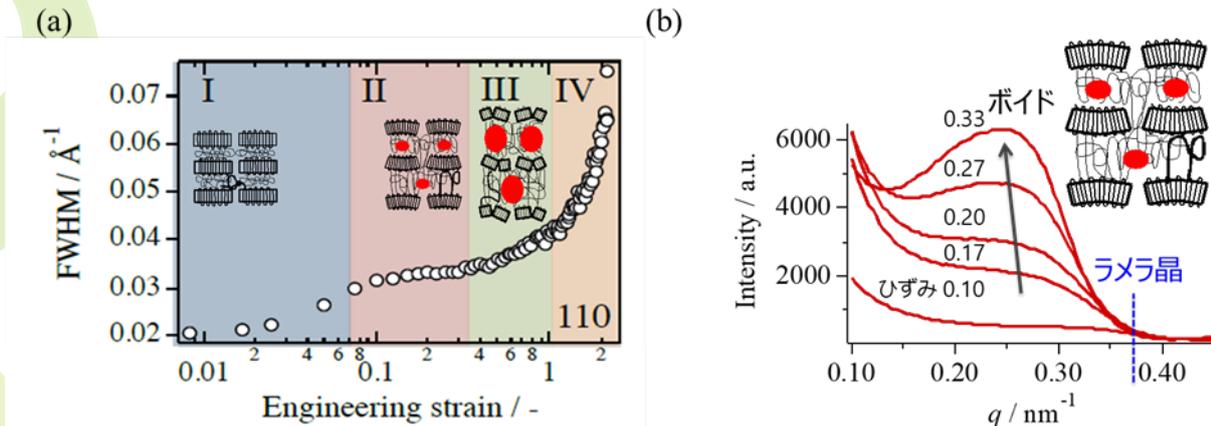


図 1 (a) 延伸過程の WAXS の (110) 面ピークの半値全幅（FWHM）の変化。(b) 延伸過程の SAXS プロファイルの変化。

# X線光子相関分光法によるゴム材料中のフィラー運動性評価

住友ゴム工業株式会社 研究開発本部 分析センター 増井 友美

自動車を取り巻く情勢は変化しており、それによりタイヤに求められる性能も変化・多様化しています。近年では、航続距離の短い電気自動車（EV車）の普及増大からその効率を高めるための低燃費性能の向上、車両重量増大に対応した高強度かつ耐摩耗性能を向上させたタイヤの要求が高まっています。タイヤ用ゴムは、主成分であるポリマーに補強性を付与するカーボンブラックやシリカなどの充填剤（フィラー）、ゴム弾性を発現する硫黄架橋剤など数十種類の材料からなる非常に複雑な混合物です。

こうしたタイヤ用ゴムを分析する上で、放射光の活用は欠かせません。例えば、タイヤ用ゴムに配合されるフィラーはゴム中で図1に示すような階層構造を形成しており、タイヤ性能と密接に関係しています。極小角-小角X線散乱（USAXS-SAXS）実験を行うことで、ゴム中のフィラーの数ナノメートルからマイクロメートルスケールまでの階層構造情報を得ることができます。また、タイヤの特徴として実使用下でタイヤゴム表面は様々な変形をしており、それによって機能を発揮しています。タイヤ変形に伴ってゴム中のフィラーの階層構造は変化をしており、その応答特性を明らかにするために、ゴム中のフィラーの運動特性を評価することは重要となります。

我々のこれまでの成果として、例えば、SPring-8 BL03XUでのX線光子相関分光法（XPCS法）を用いてタイヤ用ゴムのシリカとポリマーとを結合させる結合剤の長さを変えることによるシリカネットワークの運動性変化を明らかにしました。さらに、このようなシリカネットワークの運動性の変化が変形時の応力集中を分散させゴムの破壊に影響するのではないかと考え、SPring-8での4次元X線CT法により、摩耗の原因である破壊（空隙形成）の観察も進めました。その結果、シリカネットワークの運動性の変化が空隙形成に影響を与えることを明らかにし、結合剤を最適化することで、耐摩耗性を向上したタイヤ用ゴムの開発に成功しています。

最近では、ゴムを実際に変形させた条件でXPCS測定を行うことにより、変形に対するゴム中のシリカネットワークの変形応答解析をすることが可能となってきました。シリカ表面の結合剤の有無による変形応答の差を調べた結果、シリカ表面に結合剤がない場合には、シリカネットワークの変形応答が速いのに対して、結合剤がある場合には変形応答が遅いことなどを明らかにしています。我々は、こうした知見を活用しながら、多様化・高度化するタイヤへの性能要求に応えるべく、解析技術を開発しながら様々な高性能タイヤの材料開発に活用していく計画です。

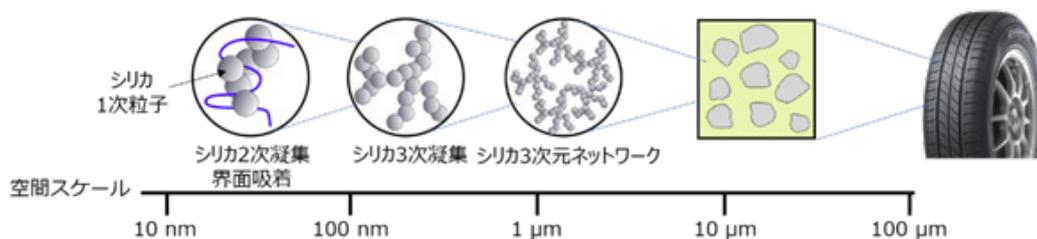


図1 ゴム中のフィラー（シリカ）の階層構造の模式図

# FSBL を利用した環境にやさしいポリプロピレンフィルムの開発

東洋紡株式会社 総合研究所 船城 健一

ポリプロピレン (PP) は炭素と水素のみからなる環境にやさしいプラスチックであり、国内ではポリエチレン (PE) に次ぐ生産量であり、身の回りの製品に多く使われています。その中でもフィルム製品は全 PP 製品生産量の 20% を占めており生活、産業活動に欠かすことが出来ないものとなっています。特に食品包装用途としてはその透明性、光沢性、耐熱性、防湿性などから幅広い食品に用いられています (身近な例ではサンドイッチなど)。一方、近年、環境に対する意識が世界的に高まり、プラスチック使用量の削減が求められています。そこで薄くしても一般的な厚さのフィルムと同等の性能 (剛性、腰の強さ) をもつフィルムの開発に取り組んでいます。食品包装フィルムを薄くすることによってプラスチック使用量や、燃焼時の二酸化炭素排出量を削減が期待できます。

一般にフィルムは樹脂をいったん加熱して熔融し、シート状に押し出し冷却ロールの上で固化させた後、延伸機で加熱しながら縦、横の方向に延伸し、最後に熱を加えて構造を固定する方法で作られます。同じ原料を用いても冷却と延伸、熱固定の条件によって製品の性能に大きな差がでます。そこで製造工程を再現できる装置を開発し、SPring-8 BL03XU で模擬的に「フィルム製造」を行いながら、構造の変化をオンラインで観察することでより良い製造条件を調べて開発にフィードバックしています。たとえば図 1 の装置 (山口大学野崎教授との共同研究) では 3 つのヒーターを持ち、1 段目のヒーターで樹脂を熔融し、試料を自由落下させて、2 段目、3 段目で冷却し、3 段目のヒーターに X 線を照射することによって冷却固化時の構造変化を調べることが出来ます。ある条件で冷却すると PP の一般的な結晶系である  $\alpha 1$  晶に加えて  $\alpha 2$  結晶が成長することが分かりました (図 2)。この  $\alpha 2$  晶は熱的に安定であり製品の耐熱性が向上することが期待できます。図 3 に延伸工程を再現した延伸装置を示します。可能な限り高速かつ高倍率での延伸や急速熱固定ができる工夫がされています。この延伸機で縦方向 (MD) に延伸したフィルムを横方向 (TD) に延伸したときの構造変化を図 4 に示します。横方向に再度延伸することで PP の分子鎖は縦向きから横向きに変化しますが、その変化は 0.2 秒というごく短時間で生じることが分かりました。

フィルム分野での開発事例を示しましたが、東洋紡では他の事業領域でも FSBL の仕組みを活用して産学連携で開発を進めています。

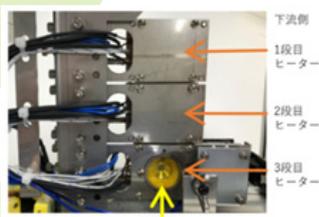


図 1 3 段式ヒーター

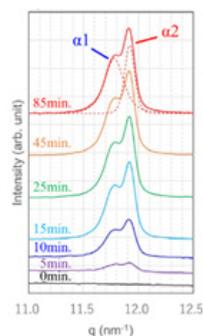


図 2 冷却結果

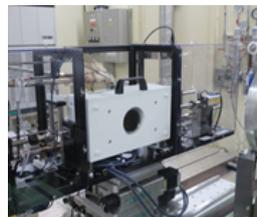


図 3 高速延伸装置

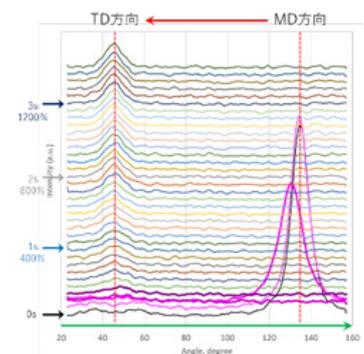


図 4 延伸結果

# FSBL の教育への活用

通常では研究でしか利用できない放射光実験を  
学部学生の授業として提供し、だれでも体験できる。

関西学院大学は、学部学生が早期に先端科学技術に触れられるよう、放射線業務従事にかかわる安全教育から放射光利用研究の基礎、放射光利用実験講習、取得したデータの解析までの一連の内容を学部学生用にプログラムとして提供することで、放射光実験を体験できる授業科目を2021年9月より開講した。

授業に参加した学生は、通常の実験での来所手続きを同じ手続き、つまり電離放射線健康診断を受診、放射線教育訓練を受講した上で「放射線作業登録申請書」を提出したうえで、実験ホールでの授業を受講しました。



試料セッティング



実験原理の丁寧な説明



研究利用では見る機会のない、  
放射光を加工する光学素子やその原理も学ぶ

## 受賞歴一覧

日付	賞など	受賞者	所属	内容
2020.6	令和2年(第42回)日本接着学会学術賞	川口 大輔	九州大学 (DICグループ)	界面分子鎖の緩和挙動に基づく複合材料設計
2020.9.9	高分子学会 広報委員会パブリシティ賞	大村 拓	東京大学	新規熔融紡糸法による高強度かつ伸縮性を有する[(R)-3-ピドロキシブチレート-co-4-ヒドロキシブチレート]繊維の開発と物性および高次構造解析
2020.10.8	分子討論会 優秀ポスター賞	込山 活哉	東京大学	伸縮性を有したP(3HB-co-3HV)繊維の作製とその構造解析
2021.4.6	令和3年度科学技術分野の文部科学大臣表彰 科学技術賞(研究部門)	岩田 忠久	東京大学	生分解性バイオマスプラスチックの高性能化に関する研究
2021.11	第44回合成樹脂工業協会 学術賞	和泉 篤士	住友ベークライト	フェノール樹脂の架橋ネットワーク不均一性解明に関する研究
2022.4.14	令和4年度科学技術分野の文部科学大臣表彰 科学技術賞(研究部門)	田中 敬二	九州大学	高分子の機能化を指向した界面ナノ物性の研究

# 紅葉の SPring-8

2022年11月



フロンティアソフトウェア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](mailto:fsbl@spring8.or.jp)

URL <http://fsbl.sakura.ne.jp/wp/>

2022/12

