



機能性フッ素樹脂の構造解析

山ノ井 航平, 南 佑輝, 城 睦, 清水 俊彦
大阪大学 レーザーエネルギー学研究センター

1. 背景と研究目的

フッ素樹脂はその化学的安定性、強度、安全性の観点から日常の様々なところに使用されており、その中で高温耐性、高圧耐性、薬品耐性を持つ高機能材料の開発は日進月歩である。高機能性フッ素樹脂の開発、合成、加工のためには分子構造の分析によるフィードバックが不可欠である。本研究では開発中である新規フッ素樹脂の分子構造を明らかにし材料評価と開発指針へと繋げることを目的とする。

2. 実験内容

新規に合成した 2 成分系フッ素材料と一般的に使用されている従来の PVDF (PolyVinylidene DiFluoride) 樹脂をそれぞれ超臨界 CO₂ 下に晒し、高温高圧状態下を模擬した加速試験を行う。その後、取り出した樹脂サンプルの小角 X 線散乱計測を行い、超臨界試験前後のサンプルの変化を観測する。使用したビームラインは BL8S3 であり、カメラ長は 4 m、波長 1.5 Å、60 秒の露光時間で測定した。サンプルは重合した粉末をプレス加工で成形し、大きさは直径約 1 cm、厚さ約 5 mm である。

3. 結果および考察

図 1 に PVDF 樹脂の小角 X 線散乱の 2 次元データ及び散乱スペクトルを示す。図 1(a) は超臨界試験前、(b) は超臨界試験後のデータである。超臨界試験前では小角 X 線の散乱が少なく、試験後には大きく増加していることがわかる。このことから、超臨界試験により、数 nm～数十 nm 程度の大きな散乱構造が増加したと言える。また、どちらのデータにも 0.5 nm⁻¹ 付近にピークがある。これは PVDF 樹脂のラメラ構造に由来するピークであることが予想される。このラメラ構造由来のピークは試験後に若干のシフトが見られるため、ラメラ構造自体も大きさが変化している可能性がある。

一般に X 線散乱は試料の密度差により起こる。PVDF 試料は結晶質部分と非晶質部分を持つ材料であるが、結晶質と非晶質部分の密度にはそれほど大きな差がないことが知られているため、結晶質と非晶質間の散乱ではなく、超臨界により生じた空乏による散乱である可能性が高い[1]。今後、さらに詳細な解析を行い、超臨界 CO₂ の PVDF 樹脂へ与える影響のメカニズム解明と開発中の新規材料との比較を進める。

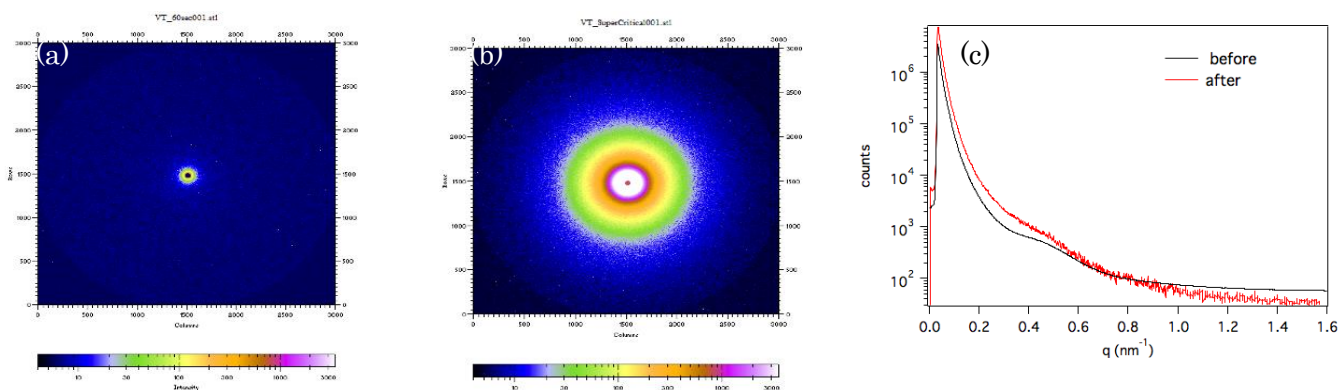


図 1 PVDF 樹脂の(a)超臨界試験前と(b)試験後の小角 X 線散乱データと(c) 散乱スペクトル

4. 参考文献

[1] Jing Wu et. al., *Macromolecules* 2000 **33**, 1765-1777.