

走査型透過X線顕微鏡を用いたポリマーアロイの 相分離構造評価技術の開発

Technology Development for Investigation of Phase-Separated Morphology of Polymer Alloys Using Scanning Transmission X-ray Microscopy

織 口 咲*
Sakura ORIGUCHI

原 野 貴 幸
Takayuki HARANO

大 原 浩 明
Hiroaki OHARA

櫻 井 慎 一 郎
Shinichiro SAKURAI

抄 録

ポリマーアロイは、相反する物性を有する複数の樹脂を混ぜ合わせて合成されるが、その機械特性や熱的特性などの樹脂特性は相分離構造と強く関係する。本報では、サブミクロンスケールの空間分解能で化学構造分布を可視化できる走査型透過X線顕微鏡 (STXM) を用いた相分離構造の解析方法の開発について報告する。相溶化剤添加によって接着力が向上したフェノキシ樹脂/ナイロン 12 のポリマーアロイの相分離構造について、STXM を用いることでポリマーアロイ中での相溶化剤の分布がその化学構造や添加量によって変化することがわかった。以上の結果は、相溶化剤を用いた相分離構造制御によって要求特性を達成できること、また、STXM が相分離構造と樹脂特性の関係解明に適した手法であることを示唆している。

Abstract

In general, the mechanical and thermal properties of a polymer alloy composed of two or more polymers with contradictory properties are strongly related to its phase-separation structure. In this paper, we reported the development for analytical techniques of phase-separated morphology of polymer alloys using scanning transmission x-ray microscopy (STXM) to visualize the chemical structure with submicron-scaled spatial resolution. In the case of the phase-separation structure of polymer alloys consisting of phenoxy resin/nylon 12 with two compatibilizers, the distribution of compatibilizers was observed to change in a manner that depended on the type and amount of compatibilizer. Therefore, the desired mechanical properties can be achieved by controlling the morphology of the polymer alloy through the use of a compatibilizer, and that STXM is a suitable technique for investigating the relationship of phase-separation morphological changes and their properties in polymer alloys.

1. 緒 言

近年、高分子材料に対する要求特性の多様化/高機能化が進む中で、相反する物性を持つ複数の樹脂を混ぜ合わせることで、それぞれの特徴を併せ持つ高分子材料を開発するポリマーアロイ技術の研究が盛んに行われている。ポリマーアロイ化による高機能化の例としては、硬いが脆いポリスチレンに柔軟なアクリロニトリルブタジエンスチレン共重合 (ABS) 樹脂を添加した耐衝撃性向上や、高耐熱性のポリカーボネートにポリエチレンテレフタレートのアロイ化することによる耐薬品性の付与などが挙げられる^{1,2)}。

このようなポリマーアロイでは樹脂同士が互いに混ざり合わず、海島構造に代表される相分離を形成する。相分離構造は樹脂の化学構造や分子量、および混練時の温度やせん断力など製造条件によって変化させることが可能であるが、樹脂同士の界面張力を低下させる相溶化剤などの添加剤の使用も有効である³⁾。

ポリマーアロイの特性は相分離構造に依存することが知られており、目的の物性を得るには相分離構造形成のメカニズムを解明し、制御方法を開発することが重要となる。そのため、相分離構造を正しく観察する可視化技術だけでなく、樹脂の相溶状態や添加剤の空間分布を調べる分析

* 日鉄ケミカル&マテリアル(株) 総合研究所 基盤技術センター 千葉県木更津市築地 1 〒 292-0835

技術の開発が行われている。走査型電子顕微鏡 (SEM) は簡易的に相分離構造を観察する手法として広く用いられており、焦点深度が深く表面凹凸情報を取得できることからポリマーアロイの破断面観察にも有効である。一方で、空間分解能やコントラストの低さによりサブミクロンスケールでの正確な相分離形状情報を得ることが難しい。四酸化オスmiumや四酸化ルテニウムなどの染色剤による樹脂の電子染色と透過型電子顕微鏡 (TEM) を組み合わせた手法が多く検討されており、ナノスケールの微細な相分離構造まで可視化できる。しかしながら、染色剤が樹脂の特定の官能基と化学反応するため、各相の官能基の定量評価ができない。また、相分離界面に染色剤が局在することや、軽元素で構成される樹脂は電子線により損傷しやすいため、アーティファクトが生じる可能性もある。原子間力顕微鏡 (AFM) は樹脂間の粘弾性などの機械物性の差を反映したコントラストを取得でき、空間分解能が高く相分離構造を可視化できるが、TEM と同様に化学構造の空間分布まではわからない。

そこで日鉄ケミカル&マテリアル(株)は、近年開発された微小領域の化学状態解析を可能とする走査型透過 X 線顕微鏡 (STXM) に注目した (図 1)。STXM は、フレネルゾーンプレート (FZP) によってサブミクロン以下まで集光した放射光 X 線を薄片試料上で二次元走査するとともに、X 線波長 (photon energy) をスキャンすることにより、およそ 50nm の空間分解能で X 線吸収スペクトルのマッピングを取得する手法である^{4,5)}。photon energy を変化させながら吸収強度マッピングを行うことにより、空間分布と各ピクセルのスペクトルデータを併せ持ったイメージスタックを得ることも可能である。軟 X 線放射光を利用するため、軽元素 (C, N, O) の化学結合を識別できる特徴を有する^{4,5)}。また、X 線は電子線よりも試料へのダメージが小さいため、高分子材料の分析手法として適している。

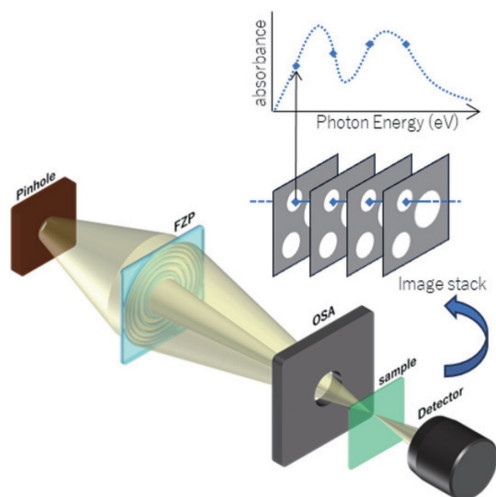


図 1 STXM の概略図
Schematic diagram of STXM

本報では、相溶化剤を添加することによって接着力が向上したポリマーアロイ⁶⁾に対し、従来の EDS 搭載走査型電子顕微鏡 (SEM-EDS) や AFM、走査型透過電子顕微鏡 (STEM) に加えて、放射光施設を利用した STXM による相分離構造評価の取り組み⁷⁾について報告する。

2. 実 験

2.1 ポリマーアロイ作製

フェノキシ樹脂とナイロン 12 のポリマーアロイに、2 種類の相溶化剤 (I, II) を 5 wt% および 10 wt% 添加した 5 種類のサンプルを作製した (表 1)。図 2 にフェノキシ樹脂とナイロン 12、相溶化剤 (I, II) の化学構造を示す。相溶化剤 I と II の重量平均分子量 (Mw) は 4000 と 115000、酸価は 54 と 250 mgKOH/g である。樹脂および相溶化剤を二軸押出機中で混練してペレットを得た⁶⁾。

2.2 測定用試料作製

SEM-EDS 用の試料は、エポキシ樹脂での包埋後に機械研磨にて断面出しした後、導電性付与のためオスmium蒸着を施した。AFM 用断面と STEM 用の 70nm 厚切片は、ウルトラマイクロトーム法により作製した。STEM 用切片は TEM グリッドに回収したのち、四酸化ルテニウムを用いて 2 時間電子染色を行った。STXM 用試料は、ウルトラマイクロトーム法により厚み 100nm の切片を作製し、TEM グリッドに回収した。SEM-EDS と STXM にはサンプル 1~5 のペレットを、AFM と STEM には溶融混練により作製した

表 1 サンプルの組成
Composition of each sample

| Sample | Phenoxy Resin (mass%) | Nylon12 (mass%) | Compatibilizer (mass%) | |
|--------|-----------------------|-----------------|------------------------|------|
| | | | (mass%) | |
| | | | I | II |
| 1 | 50.0 | 50.0 | – | – |
| 2 | 47.5 | 47.5 | 5.0 | – |
| 3 | 45.0 | 45.0 | 10.0 | – |
| 4 | 47.5 | 47.5 | – | 5.0 |
| 5 | 45.0 | 45.0 | – | 10.0 |

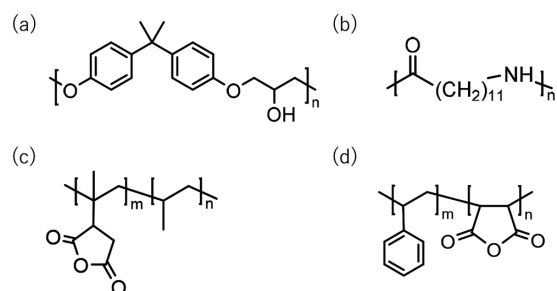


図 2 化学構造 (a) フェノキシ樹脂, (b) ナイロン 12, (c) 相溶化剤 I, (d) 相溶化剤 II
Chemical structures of (a) Phenoxy resin, (b) Nylon12, and compatibilizers (c) (I) and (d) (II)

サンプル3のリファレンス品を用いた。

2.3 測定手法

SEM観察は加速電圧5kVで反射電子像を取得した。AFMはタッピングモードで測定し、形状像と位相像を取得した。STEM観察は加速電圧30kVで明視野STEM像を取得した。STXMは、高エネルギー加速器研究機構(KEK)のフotonファクトリーBL-19AビームラインにあるコンパクトSTXM(cSTXM)装置を用いて実施した⁹⁾。本研究では、各試料位置の炭素原子の1s軌道の電子が励起されるエネルギー(C-K吸収端)周辺でX線吸収端近傍構造(XANES)スペクトルを取得し、イメージスタックデータを収集した。各相溶化剤単体については、100nm厚のフィルムを用いてXANESスペクトルを取得した。

2.4 STXMデータ解析手法

解析ソフトaXis2000を使用してSTXMデータを解析した⁹⁾。STXMスペクトルは、イメージスタックデータから任意の領域を囲って抽出した。X線吸収像は、注目する化学結合に相当するphoton energyに対して取得した。イメージスタックのスペクトルデータに対し、相溶化剤を含まないサンプル1のフェノキシ樹脂/ナイロン12のスペクトルを用いた解析を行い、フェノキシ樹脂とナイロン12の成分分布を得た。フェノキシ樹脂とナイロン12に対応する領域を、それぞれ紫と緑で示した。

3. 結果と考察

相分離構造の可視化を目的に、従来と同様にSEM観察を行った。図3にサンプル1~5のSEM反射電子像を示す。電子線ダメージを避けるために低加速電圧かつ低照射電流条件にて観察しており、ノイズの多い反射電子像であるが、相分離構造は可視化可能であった。サンプル1の海島構造について、エネルギー分散X線分光法(EDS)によるN元素マッピングを行ったところ、海ドメインから窒素原子Nが検出された。ポリマーアロイを構成する成分のうち、Nを含むのはナイロン12のみであることから、反射電子像の明るい領域がナイロン12、暗い領域がフェノキシ樹脂と考えられる。サンプル1に対して相溶化剤を添加したサン

ル2~5は相分離構造が微細化する様子が観察された。これは一般的な相溶化剤による界面張力の低下効果であると考えられるが、海島構造のまま微細化したのか、微細化して別の相分離構造になったのかまでは判別できなかった。各相溶化剤の量を5wt%から10wt%まで増加させても相分離構造の劇的な変化が観察されなかった。化学構造の異なる相溶化剤を添加したサンプル2,3とサンプル4,5を比較したが、明確な相分離構造の差は認められなかった。また、サンプル3について、四酸化ルテニウムで電子染色を行ったのち、STEM観察を実施した。電子染色により各相のコントラストが強調されたが、電子線によるダメージが大きく、倍率を上げた際に鮮明な画像を得ることができなかった。

SEM/STEMよりも高倍率で詳細に相分離構造を調べるため、AFM観察を実施した。図4に、ウルトラマイクロームで断面出したサンプル3のAFM高さ像と位相像を示す。高さ像は表面の凹凸、位相像は弾性率の違いを反映した像である。AFMでは、フェノキシ樹脂とナイロン12の弾性率差が小さいために位相像の海島のコントラスト差が小さいが、相分離構造を可視化できた。海部分については、非常に平滑であった。部分的にサブミクロンスケールの小さな凹凸が観察されたが、相分離由来なのかマイクロームの切削ダメージなのかはわからない。島については、内部に数ナノメートルスケールの微小な凹凸が観察された。この形状の差により海島の識別が可能になっていると思われる。海島界面については、海と島の明確な界面が見えており、相溶化剤の効果を表すような特徴的な界面構造(例えば徐々に弾性率が変化している構造など)は観察されな

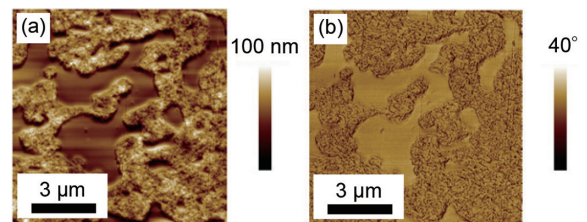


図4 サンプル3のAFM像(スキャンサイズ:10 μ m \times 10 μ m)
(a) 高さ像, (b) 位相像
AFM image (scan size: 10 μ m \times 10 μ m) of sample 3
(a) Height sensor image, (b) Phase image

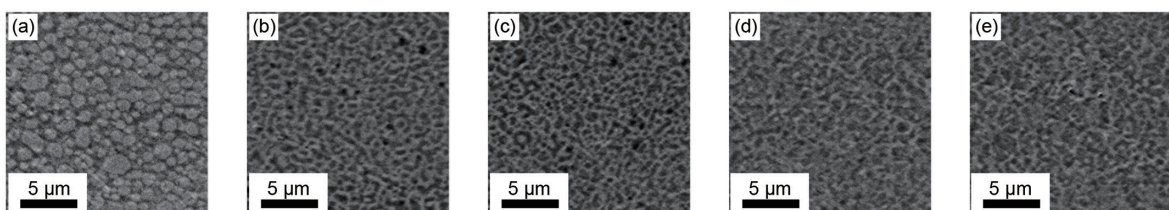


図3 サンプル1~5のSEM反射電子像
(a) サンプル1, (b) サンプル2, (c) サンプル3, (d) サンプル4, (e) サンプル5
SEM backscattered electron images of sample 1-5
(a) Sample 1, (b) Sample 2, (c) Sample 3, (d) Sample 4, (e) Sample 5

かった。また、AFM では化学構造情報が得られないため、今回のように弾性率差が小さい樹脂同士の相分離では各相の同定が困難である。

図 5 に、相溶化剤を含まないサンプル 1 について、エネルギー $E=285.4\text{eV}$ (図 5 (a)), $E=288.4\text{eV}$ (図 5 (b)) における X 線吸収像、および X 線吸収像の海と島それぞれのドメインから抽出した平均的な C-K 吸収端スペクトルを示す (図 5 (c))。 $E=285.4\text{eV}$ の吸収は C=C 結合の $1s \rightarrow \pi^*$ 励起に対応し、化学構造から芳香環を有するフェノキシ樹脂の存在を示す。 $E=288.4\text{eV}$ は、アミド結合のカルボニル炭素の $1s \rightarrow \pi^*$ 励起に相当し、ナイロン 12 に特徴的なピークである。また、X 線吸収像のコントラストは X 線の吸収強度を反映している。このコントラスト差は、樹脂同士である場合、試料厚みと化学結合の量で決定される。試料はウルトラマイクロトームによって作製された均一な厚さを有する切片であるため、X 線吸収像のコントラストは化学結合の量を示していると考えられる。以上より、図 5 (a) の明るい島ドメインは C=C 結合由来の吸収強度が強いことから

フェノキシ樹脂であること、暗い海ドメインはアミド結合由来の吸収強度が強いことからナイロン 12 に対応することがわかった。なお、図 5 (b) は、ナイロン 12 に特有のアミド結合由来のエネルギーにてマッピングしていることから、図 5 (a) とはコントラストが反転している。

STXM の X 線吸収像 (画像サイズは $15 \times 15 \mu\text{m}$, 1 ピクセルは $50 \times 50 \text{nm}$) において、SEM よりも明確にミクロンからサブミクロンスケールの島ドメインが観察された。また、SEM ではノイズにより確認できなかった島ドメイン中のフェノキシ樹脂ドメインが観察された。これは、試料ダメージの少ない X 線であるため S/N 比の十分高いスペクトルを得ることができたこと、薄い切片であるために奥行き方向の情報が混ざらないことが要因として考えられる。

STXM のメリットにより、相分離構造に与える相溶化剤の効果や分布状態を解析できるかを検討した。図 6 に各サンプルの 285.4eV における X 線吸収像を示す。相溶化剤を添加したサンプル 2~5 は、相溶化剤なしのサンプル 1 に比べて相分離サイズが明らかに小さくなっており、SEM 画像を支持するデータが得られた。相溶化剤 I を用いたサンプル 2, 3 ではサンプル 1 のような海島構造は見られず、各相が連続した共連続構造を示した。サンプル 2 と 3 を比較すると、相溶化剤 5wt% を含むサンプル 2 のほうが微細な相分離構造を形成していることがわかった。一方、相溶化剤 II を用いたサンプル 4, 5 は、島がナイロン 12、海がフェノキシ樹脂と識別され、相溶化剤なしのサンプル 1 から海島が逆転していることがわかった。また、サンプル 4 と 5 は明確な相分離構造の差はなく、どちらも島サイズや分布が不均一であることが確認された。

界面状態や相分離状態をさらに詳細に調べるため、高倍観察データの成分分布を解析した (図 7)。サンプル 2~5 において、相溶化剤の添加によるフェノキシ樹脂/ナイロン 12 の界面状態に特徴的な構造変化は見られなかった。一方、島の内部に注目すると、相溶化剤 II を用いたサンプル 4, 5 において、緑のナイロン 12 相に紫のフェノキシ樹脂成分が分散していることがわかった。定性的ではあるが、相溶化剤の添加量が多いサンプル 5 のほうがサンプル 4 よりもナイロン 12 相により多くのフェノキシ樹脂が分散していた。これらの結果より、相溶化剤 I, II には、フェノキシ

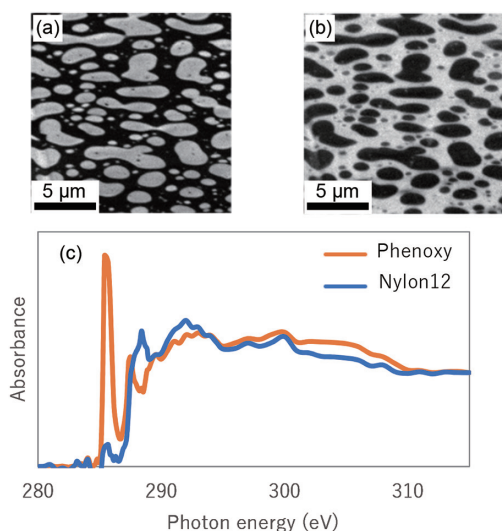


図 5 サンプル 1 の X 線吸収像

(a) $E=285.4\text{eV}$, (b) $E=288.4\text{eV}$, (c) 図 5(a) の明部 (フェノキシ樹脂相)、暗部 (ナイロン 12 相) から取得した平均スペクトル

X-ray absorption images at $E=$ (a) 285.4eV , (b) 288.4eV for sample 1, (c) Average spectra of the lighter regions (phenoxyl resin) and darker regions (nylon12) in Fig. 5(a)

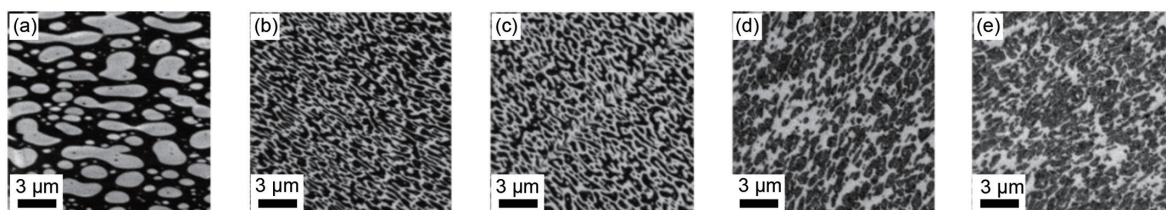


図 6 285.4eV におけるサンプル 1~5 の X 線吸収像

(a) サンプル 1, (b) サンプル 2, (c) サンプル 3, (d) サンプル 4, (e) サンプル 5

X-ray absorption images of sample 1-5 at $E=285.4\text{eV}$

(a) Sample 1, (b) Sample 2, (c) Sample 3, (d) Sample 4, (e) Sample 5

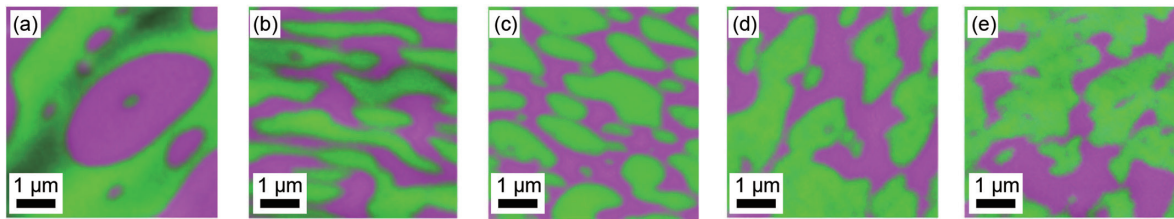


図7 285.4eVにおけるサンプル1～5の解析画像(紫はフェノキシ樹脂, 緑はナイロン12が主成分の領域)

(a) サンプル1, (b) サンプル2, (c) サンプル3, (d) サンプル4, (e) サンプル5

Analysis image for each sample 1-5 at $E=285.4\text{eV}$

(Purple and green regions correspond to areas where the phenoxy resin and nylon12 are the main components)

(a) Sample 1, (b) Sample 2, (c) Sample 3, (d) Sample 4, (e) Sample 5

樹脂とナイロン12が相分離界面にて相互侵入して相溶した中間相を形成させる効果はないが, 一般的な界面活性剤と同様に界面に分布して界面張力を低下させてフェノキシ樹脂とナイロン12を細かく分散させていると考えられる。

各相に対する相溶化剤や他方の樹脂の侵入度合いを評価するべく, 図7の各相から平均スペクトルを抽出し, 285.4eVと288.4eVのピーク強度の変動について解析を行った。図8に, リファレンスとなるサンプル1の海島各相と相溶化剤単体の283～290eVの領域の平均スペクトルを示す。相溶化剤Iはナイロンと, 相溶化剤IIはフェノキシと類似したスペクトルが得られた。相溶化剤Iの強い288.4eV付近のピークは, カルボニル炭素の $1s \rightarrow \pi^*$ 励起由来であると考えられる。

図9(a)にフェノキシ樹脂を主成分とする図7の紫色領域から抽出したサンプル1～5のスペクトルを示す。285.4eVのピーク強度を比較すると, サンプル1に比べてサンプル2と3は低く, 芳香族構造を持たない相溶化剤Iがフェノキシ樹脂相に侵入していると考えられる。また, 相溶化剤Iの添加量増加に伴いフェノキシ樹脂相中の相溶化剤量が増加する傾向が見られた。サンプル4はサンプル1とほぼ同じピーク強度であるがサンプル5はサンプル1以上であることから, 相溶化剤IIは5wt%添加ではフェノキシ樹脂相に侵入しない, もしくは検出できないほど微量侵入するが, 10wt%添加では明らかに侵入していることがわかる。一方で, 288.4eVのピーク強度について, サンプル2～5はサンプル1よりも高い傾向にある。サンプル2と3において, 285.4eVの低下と288.4eVの上昇が連動しており, 相溶化剤Iのフェノキシ樹脂相への侵入を示唆する。サンプル4の場合は, 285.4eVのピーク強度から相溶化剤IIはフェノキシ樹脂に侵入しないと考えられるため, 288.4eVのピーク強度上昇は, ナイロン12成分のフェノキシ樹脂相への侵入を示唆している。

図9(b)にナイロン12を主成分とする図7の緑色領域から抽出したサンプル1～5のスペクトルを示す。285.4eVのピーク強度を比較すると, サンプル2と3はサンプル1よりも若干高くなっているため, ナイロン12相へのフェノキシ樹脂の侵入が考えられる。一方で, 288.4eV付近のピーク

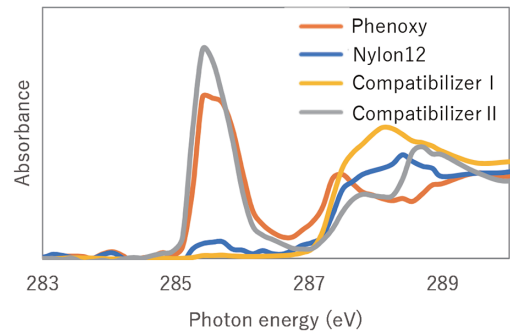


図8 サンプル1(図7(a))中の紫の領域(フェノキシ樹脂相)と緑の領域(ナイロン12相)および相溶化剤I, II単体の平均スペクトル

Average spectra of the purple region (phenoxy resin phase) and the green region (nylon12 phase) in sample 1 (Fig. 7(a)), as well as compatibilizers I and II

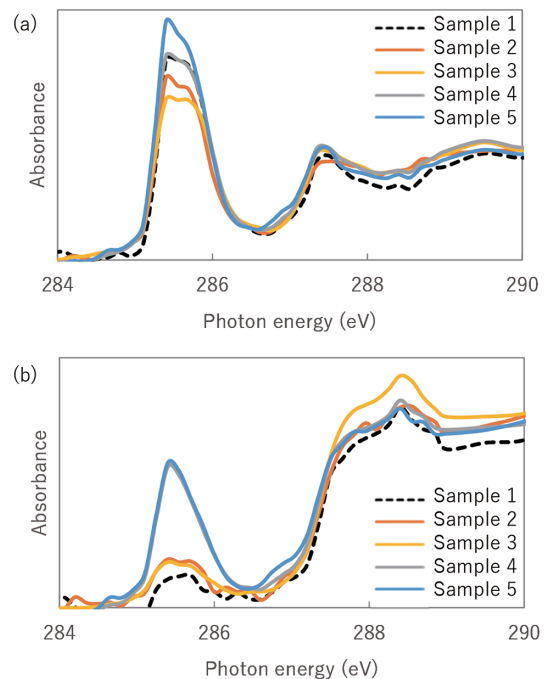


図9 サンプル1～5における各相のC-K吸収端スペクトル
(a) 図7(a)～(e)の紫の領域(フェノキシ樹脂相)
(b) 図7(a)～(e)の緑の領域(ナイロン12相)

Carbon K-edge spectra of each phase in samples 1-5

(a) Purple region in Fig. 7 (phenoxy resin phase)

(b) Green region in Fig. 7 (nylon12 phase)

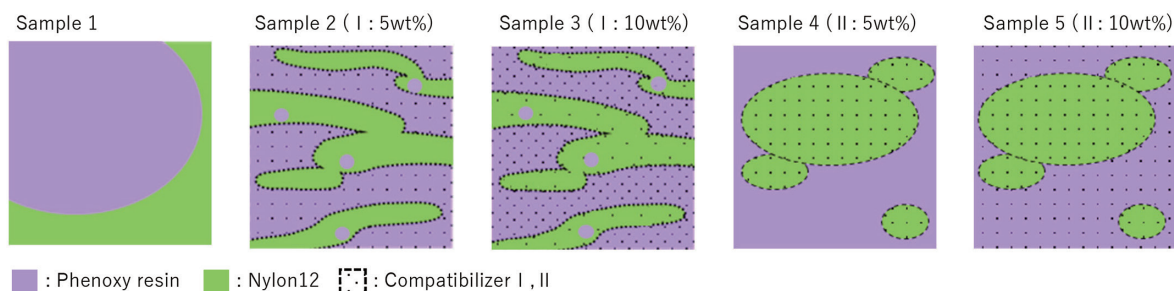


図 10 相溶化剤 I, II がフェノキシ樹脂とナイロン 12 の相分離構造に与える効果の概略図

Schematic diagram of the effect of compatibilizer I and II on the phase-separation structure of phenoxy resin and nylon12

ク強度は 3 が最も高く、サンプル 2 は相溶化剤を含まないサンプル 1 と同程度であった。これは、相溶化剤 I の添加量増加に伴いナイロン相に相溶化剤 I が多く侵入することを示唆する。サンプル 4 と 5 では、285.4eV のピーク強度の比較において、サンプル 1 よりも明らかに強いピーク強度を示していることから、ナイロン 12 相に相溶化剤 II あるいはフェノキシ樹脂が侵入している可能性がある。288.4 eV のピーク強度を比較すると、サンプル 1, 4, 5 とともにほぼ同じであった。相溶化剤 II 単体とナイロン 12 のスペクトルは類似であるため相溶化剤 II がナイロン 12 相に侵入しても 288.4eV のピーク強度は変化しない。以上より、ナイロン 12 相にはフェノキシ樹脂ではなく相溶化剤 II が侵入していると考えられる。また、サンプル 4 と 5 のピーク強度がほぼ同じであるのは、相溶化剤 II を 10wt% 添加するとフェノキシ樹脂に侵入するという図 9 (a) の結果と合わせると、相溶化剤 II は添加量 5wt% まではナイロン 12 相への侵入が優先されると考えられる。

ほとんどの異種高分子は相溶しないが、2 種類以上の高分子が相溶している事例では、主鎖や側鎖の化学構造が似ていることが多い。化学構造以外では分子量の影響が強く、分子量が小さい高分子同士は相溶しやすい傾向にある。また、今回のポリマーアロイは熔融混練時に樹脂中の水酸基やカルボニル基と相溶化剤中の無水マレイン酸基が反応することも想定される¹⁰⁾。相溶化剤の変性率が高いほど樹脂と相溶化剤の反応性が上がるため、相溶性は向上すると考えられる。相溶化剤 II は相溶化剤 I よりも変性率が高いため、相溶化能が高いと予想される。

上記を踏まえ、STXM 測定結果から考えられる相分離構造および相溶化剤の分散状態を図 10 にまとめた。サンプル 2 と 3 において、相溶化剤 I がナイロン 12 相に分布しているのは類似の化学構造を有しているためと考えられる。一方で、相溶化剤 I のフェノキシ樹脂への侵入の要因は、相溶化剤 I が低分子量であることと、フェノキシ樹脂と相溶化剤 I が反応することでフェノキシ樹脂相に取り込まれたことの両方であると予想される。さらに、フェノキシ樹脂-相溶化剤 I 反応物は、ナイロン 12 に近い化学構造となるためナイロン 12 相に取り込まれることも考えられ、STXM

結果と矛盾しない。サンプル 4 と 5 においては、予想に反し、相溶化剤 II が類似構造を持つフェノキシ樹脂よりもナイロン 12 に優先して侵入する。これは、相溶化剤 II が高分子量体であることと、無水マレイン酸基の変性率が高いことが関係していると予想されるが、今回の結果からは説明できない。このような相溶化剤の侵入度合いの差が相分離構造形成に影響していると推測される。ナイロン 12 がフェノキシ樹脂に少量侵入するという考察は、ナイロン 12 と相溶化剤 II が相溶して反応し、その反応物の一部がフェノキシ樹脂相に取り込まれる可能性があること、相溶化剤 II を用いたサンプル 4 は相溶化剤 I を用いたサンプル 2 よりも相分離の形状が不均一であること (図 7)、フェノキシ樹脂とナイロン 12 の各相が混ざった様子が確認できることから妥当である。

4. 結 言

本研究にて、サブミクロンスケールでの化学構造情報が得られる STXM により、相溶化剤の分布を直接的に可視化できる可能性があることがわかり、STXM が高分子材料の相分離構造解析に有効な手段であることを示した。これまでのポリマーアロイ開発においては、相溶化剤を添加すると相分離構造が微細化するという現象は捉えていたものの、相溶化剤の効果については過去の研究開発例を参考にした一般的な解釈であり、不明な点が多かった。今回の STXM の結果から、相溶化剤の分布状態、化学構造、分子量、反応性官能基の変性率、樹脂との反応性、樹脂間の界面エネルギーの変化など複数の相溶化剤の影響因子について、定性的ではあるものの相分離構造変化の関係を考察できた。今後、STXM による相分離構造評価を他のポリマーアロイに展開し、相分離形成メカニズム解明や相分離と材料特性に関わる因子特定に繋げていく。

謝 辞

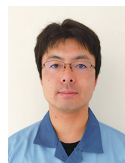
本研究は、高エネルギー加速器研究機構の木村正雄教授との共同研究によって得られた成果である。測定やデータ解析についてご指導、ご協力いただき、深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) Izawa, S.: J. Soc. Mat. Sci. 41 (465), 789 (1992)
- 2) Barlow, J. W. et al.: Polym. Eng. Sci. 21, 985 (1981)
- 3) 井上隆：高分子. 45 (7), 447 (1996)
- 4) 菊間淳：日本接着学会誌. 49 (11), 421 (2013)
- 5) 武市泰男：応用物理. 89 (9), 509 (2020)
- 6) 日本特許出願公開 特開 2023-174176 2023年12月7日
- 7) Harano, T. et al.: AIP Conf. Proc. 2990, 020013-1 (2023)
- 8) Hitchcock, A. P.: J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 266 147360 (2023)
- 9) Takeichi, Y. et al.: Rev. Sci. Instrum. 87, 013704-1 (2016)
- 10) 西尾太一 ほか：高分子論文集. 47 (4), 331 (1990)



織口 咲 Sakura ORIGUCHI
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
総合研究所 基盤技術センター
千葉県木更津市築地1 〒292-0835



大原浩明 Hiroaki OHARA
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
総合研究所 基盤技術センター(当時)
研究員 博士(工学)



原野貴幸 Takayuki HARANO
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
総合研究所 基盤技術センター(当時)
研究員 博士(工学)



櫻井慎一郎 Shinichiro SAKURAI
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
総合研究所 基盤技術センター
グループリーダー 博士(工学)