

令和 3 年 6 月 4 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18K04727

研究課題名(和文)高機能性フッ素樹脂の開発と加工条件の最適化

研究課題名(英文)Structural evaluation of functional fluoropolymer material

研究代表者

猿倉 信彦 (Sarukura, Nobuhiko)

大阪大学・レーザー科学研究所・教授

研究者番号：40260202

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：耐熱性、耐薬品性、撥水・撥油性や低摩擦係数など優れた特性を持ったフッ化物樹脂が開発されている。ポリマーアロイは、これらの特性を補完するように混合したもので、特に苛酷な環境に対する耐久力を持つようになることが期待されている。本研究は小角X線散乱法と光散乱計測を組み合わせることで、ミクロからマクロな視点での構造解析を現在社会的に需要のある複雑なフッ化物ブレンド樹脂の開発・評価へ応用する。特に前例の無い構造解析と応力応答の同時計測が、中心課題である。具体的には既の実績のある構造解析システムに引張装置を導入し、引張強度による構造変化の過程を解析し、異方性の現れ方、応力との関係を解明する足掛かりを得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

現在、安全・クリーンという観点から、長寿命のフッ素樹脂材料の研究が企業や学術の領域で注目されている。特に発電所や自動車の燃料配管などの生活に関わる領域で使用されるパッキン用樹脂など、高温・高圧への耐性を持った樹脂材料が強く求められている。X線という物質の透過性の高い性質を用いて加工条件のダイナミクスの観測を行い、さらに最適化を行うことは全く新しい試みである。これまで行われていた解析方法の多くは破壊検査であったがこの方法は非破壊検査でしかも加工の途中の状態を観測することができる手法であり、技術や経験だけでなく客観的な指標に基づくブレンド樹脂作成が可能である。

研究成果の概要(英文)：Fluoropolymers with excellent properties such as heat resistance, chemical resistance, water repellency, oil repellency, and low coefficient of friction have been developed. Polymer alloys are mixtures of these properties that complement each other, and are expected to be durable, especially in harsh environments. In this research, by combining small-angle X-ray scattering and light scattering measurements, micro to macro structural analysis will be applied to the development and evaluation of complex fluorinated blend resins, which are currently in demand in society. In particular, the central issue is the unprecedented simultaneous measurement of structural analysis and stress response. Specifically, we have introduced a tensile device to our already proven structural analysis system, and by analyzing the process of structural change due to tensile strength, we have gained a foothold to clarify the development of anisotropy and its relationship with stress.

研究分野：フッ化物材料

キーワード：フッ化物樹脂

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

世界においてフッ素化合物の市場規模は約 4500kt(申請当時)であり、年々この規模は大きくなりつつあった。フッ素は炭素、水素などとの化合物となることにより、耐熱性、耐薬品性、撥水・撥油性や低摩擦係数などの様々な優れた特性を発揮する。さらにポリマーアロイ(ブレンド樹脂)として混合し、合成することでそれぞれの特性を補完することができる。現在、安全・クリーンという観点から、長寿命のフッ素樹脂材料の研究が企業や学術の領域で注目されており。特に発電所や自動車の燃料配管などの生活に関わる領域で使用されるパッキン用樹脂など、高温・高圧への耐性を持った樹脂材料が強く求められていた。

現状の成形加工品は製作過程の経験から得たノウハウに依存しており、その作用機序の科学的解明ができていない。そこで、客観的なデータから製作条件の最適化を行い、生産ラインへ応用することで、樹脂強度の向上や撥水・撥油性の制御などの高機能化、無駄を省いた生産ラインによる低コスト化を実現することが望まれていた。

2. 研究の目的

フッ素樹脂のブレンド材料の開発から実用化までを最適に行うために、申請者の持つ光や放射線を用いた物質分析技術が非常に有用である。特筆すると、小角 X 線散乱を用いた解析技術は、フッ素樹脂材料の領域において前例のない解析方法である。この解析技術で、新材料の最適な加工条件確立と指標化を行えると考えている。現在まで、小角 X 線散乱による基礎的な構造解析は開始しているが、ブレンド樹脂の引っ張り方向と応力耐性、及び小角散乱計測から得られた異方性の関係が未解明である。また、成形条件と加工後の分析が可能となっているが、成形途中や直後の素材の状態は未だにブラックボックスのままである。本研究開発期間内では、X 線解析装置内に試験機を持ち込み、引張試験を行いながらの解析を行うことで、この加工条件のダイナミクスの計測を実現する。

3. 研究の方法

初年度は異方性と引張強度との整合性を取るため、引張試験機を X 線解析機器の内部に持ち込み、試験を行いながらサンプルの小角 X 線散乱の解析を行う。図 1 に実験概要を示す。引張強度による構造の異方性の形態変化の過程を解析し、異方性の現れ方、応力との関係を解明する。引張試験機を放射光施設で利用できるように遠隔装置による改良を加える。かける応力は実際に圧電素子として製品に使用される場合を想定した値に設計している。

加えて、小型の射出成形装置を同様に放射光施設に持ち込み、作成過程における変化も観察する。それらの結果をもとに、応力のかけ方による耐性の差の解明を行う。また、X 線吸収微細構造の解析により局所構造の情報を得ることで、耐性の強弱を示す物質構造を示すことができる。更に、圧縮成形だけでなく溶解成形のサンプルについても同様の解析を行うことで、最適な加工条件の洗い出しと指標化を行う。

4. 研究成果

フッ素樹脂のサンプルを縦方向(MD)と横方向(TD)に取った物での引っ張り応力への影響を調べた。サンプルの取り方は図 1 に示したとおりである。

図 2 にそれぞれのサンプルに小角 X 線散乱計測を行った結果を示している。長くなるにつれてピーク位置の q ファクタが小さくなることから短距離相関が大きく出ていることがわかる。

図 3 は散乱強度と引っ張り長さの関係であり、破壊が起きた後は散乱強度が落ちていることがわかる。

図 4 は引っ張り応力と長さの関係であり、MD は 3mm、TD は 1.5mm の長さまで引っ張ると、構造が変化して引っ張り応力が弱くなることがわかる。

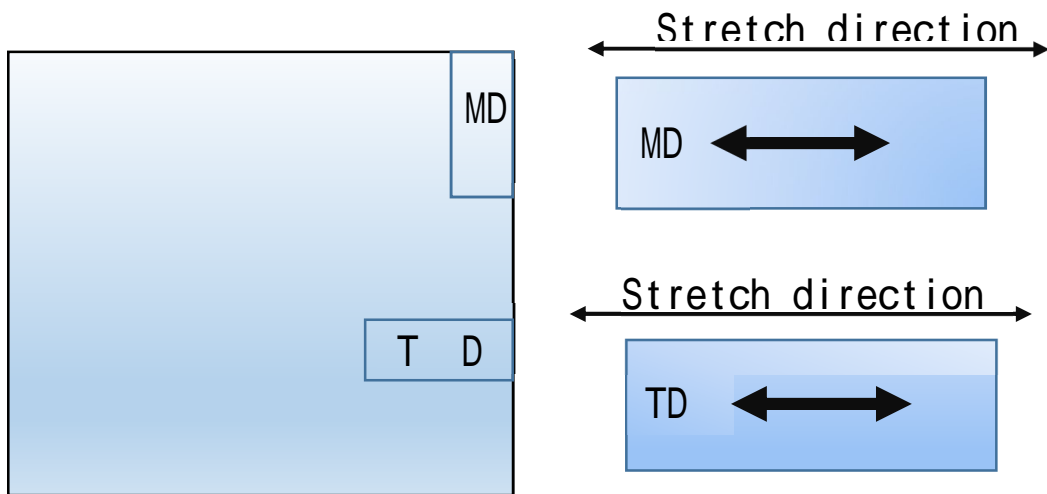


図1 フッ素樹脂シートのサンプルの取り方

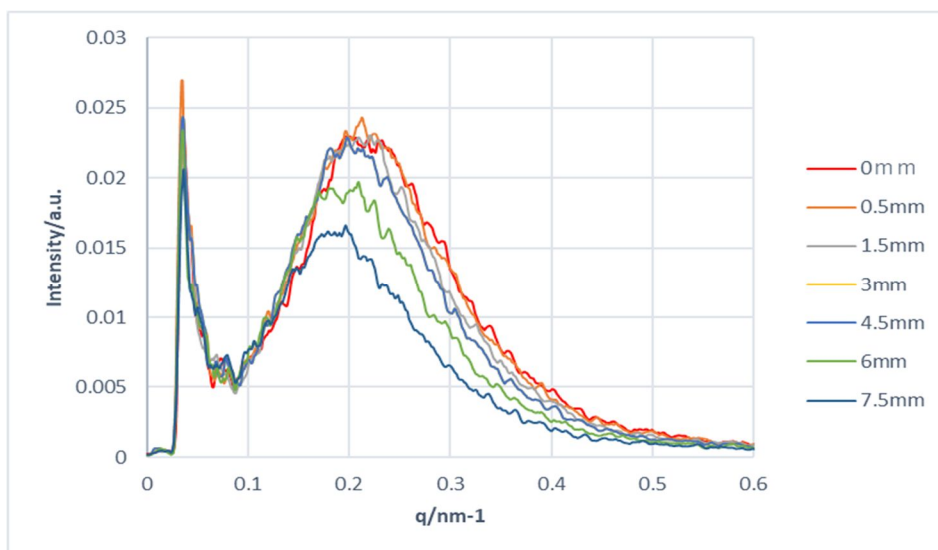
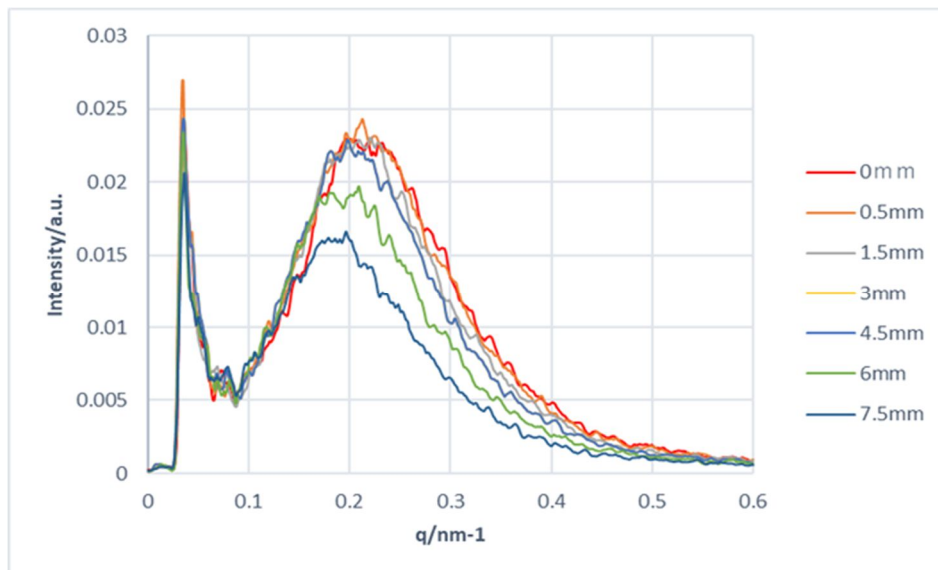


図2 縦方向と横方向での引っ張り応力による回折

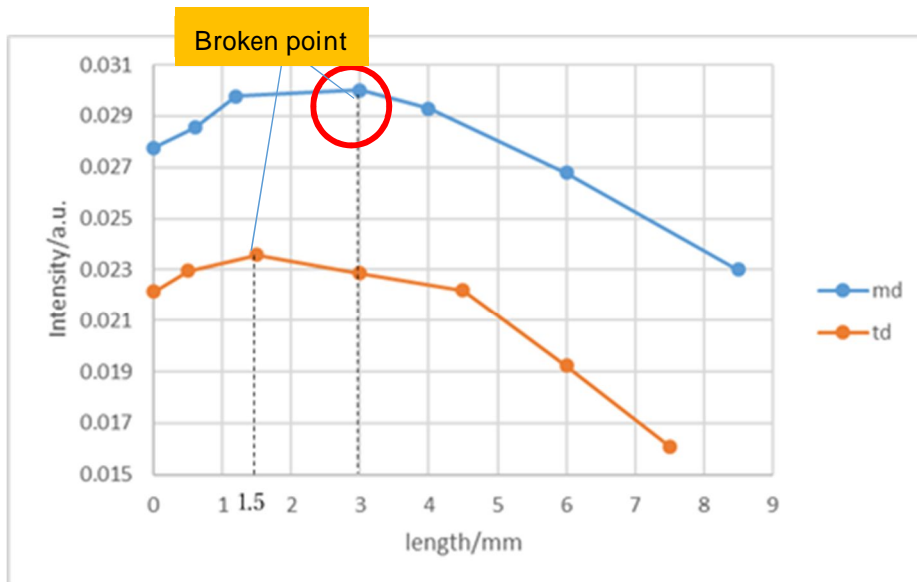


図3 散乱強度と引っ張り長さの関係

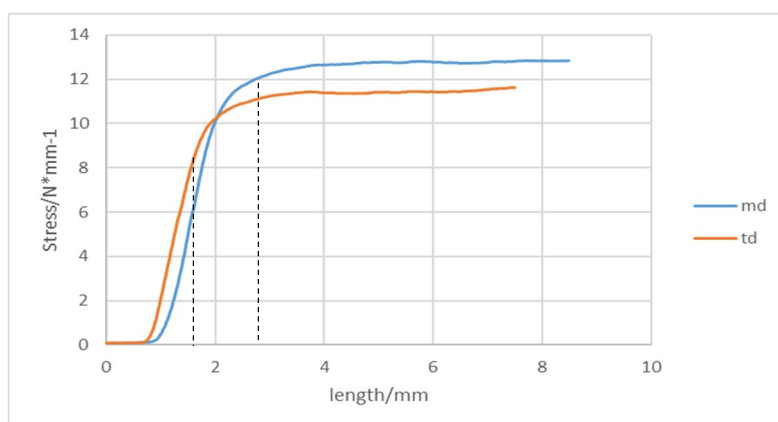


図4 引っ張り応力と長さの関係

以上のように、構造解析システムに引張装置を導入したこれらの計測により、引張強度による構造変化の過程を解析し、異方性の現れ方、応力との関係を解明する足掛かりを得た。

今後はこれらの定量データを基に指標を作ること、ブレンド樹脂作成の高効率化や高性能化に資することが期待できる。そして、安全・クリーンという観点から、企業や学術の領域で注目されている長寿命のフッ素樹脂材料の開発が加速できるものとする。

本研究の成果の一部は「2019 Filipino Scholars Symposium in Kansai」で発表され、現在成果をまとめた論文を投稿中である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Yong You, Masao Noumi, Atsushi Sakakura, Nobuhiko Sarukura, Kohei Yamanoi
2. 発表標題 Structural evaluation of functional fluoropolymer material using small angle X-ray scattering
3. 学会等名 2019 Filipino Scholars Symposium in Kansai (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	山ノ井 航平 (Yamanoi Kohei) (30722813)	大阪大学・レーザー科学研究所・助教 (14401)	
研究分担者	清水 俊彦 (Shimizu Toshihiko) (80415182)	大阪大学・レーザー科学研究所・准教授 (14401)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------