

実施課題番号：2006B0102

実施課題名：熱誘起相分離による高分子微多孔膜形成過程の
極小角 X線散乱計測

実施責任者所属機関及び氏名：旭化成(株) 基盤技術研究所 松野信也

使用ビームライン：BL20XU

実験結果：

1. はじめに

高分子系多孔膜は、半導体産業における純水製造、血液透析、海水の淡水化、ガス分離など用途に商業スケールで製造され、広く応用されている。

一般に、そのような微多孔膜を形成するためには、例えば高分子／可塑剤系均一系からの種々の相分離が利用される。例えば、液体－液体型、固体－液体型（高分子の結晶化）である。このような相分離過程を経て形成された多孔構造は、電子顕微鏡などで観察することが出来る。また、平均的構造は、光散乱などで調べることができ、膜の性能との関係を議論することが出来る。

しかしながら、微多孔膜の構造形成過程は、ほとんど理解されておらず、経験によって製造されている部分が少なくない。今後、分画性能、分離性能などを改良していく場合、どのような過程（時間スケール、空間スケール）を経て最終構造になったか、すなわち相分離過程を詳細に理解することが重要である。

本課題では、高分子／可塑剤系の相分離過程（時間、空間スケール）を詳細に理解して、高分子多孔膜の性能改良の指針を得ることを目的とするものである。

2. 実験

今回の実験においては、ポリエチレン (PE) または PVDF と可塑剤 (DIDP など) の混合物を約 200°C で均一状態にした後、温度を下げていく時に、どのような相分離状態が出現するかを計測した。

使用した X 線のエネルギーは、23keV で、試料厚みは 4mm である。また、カメラ長は、2000mesh の Cu メッシュの測定を行い、回折ピークの間隔と CCD 検出器のピクセルサイズから算出し、164μm であった。電気炉・窓材の選択、また試料充填方法、測定条件の検討・決定などに時間を要し、相分離温度、構造の高分子濃度依存性の測定までには至らなかったが、最終的には、測定時間 100msec で十分な散乱強度を得ることができた。

3. 結果

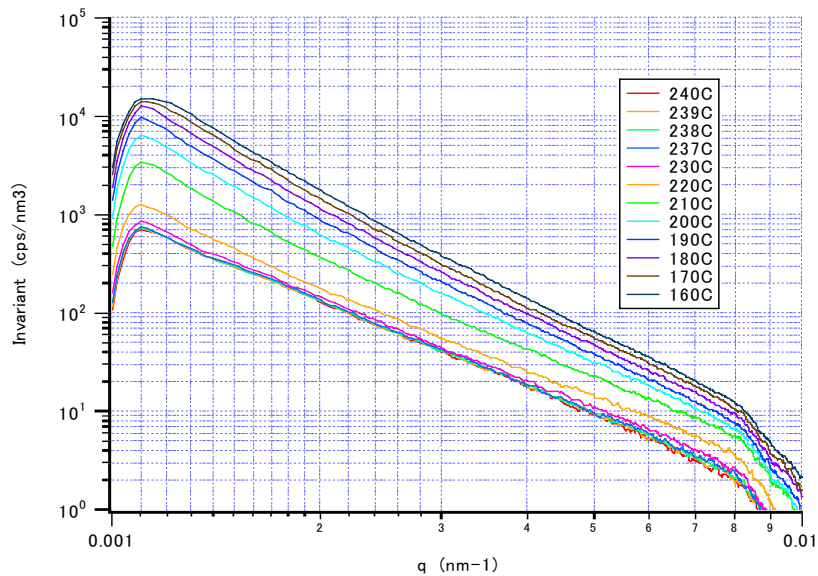
(図1) に PVDF40%系の極小角散乱プロファイルの温度変化を示す。また、(図2) に invariant の温度依存性を示す。

$$Invariant = \int I(q)q^2 dq \quad (1)$$

なお、積分は $q = 0.001147 \sim 0.007615$ の範囲で行った。

(図2) より、温度を下げていくと、相分離点と推定される温度で、散乱強度 (invariant) が変化し、温度低下と共に強度が増大していくことがわかった。現在、更に詳細に解析中である。

(図1)



(図2)

