

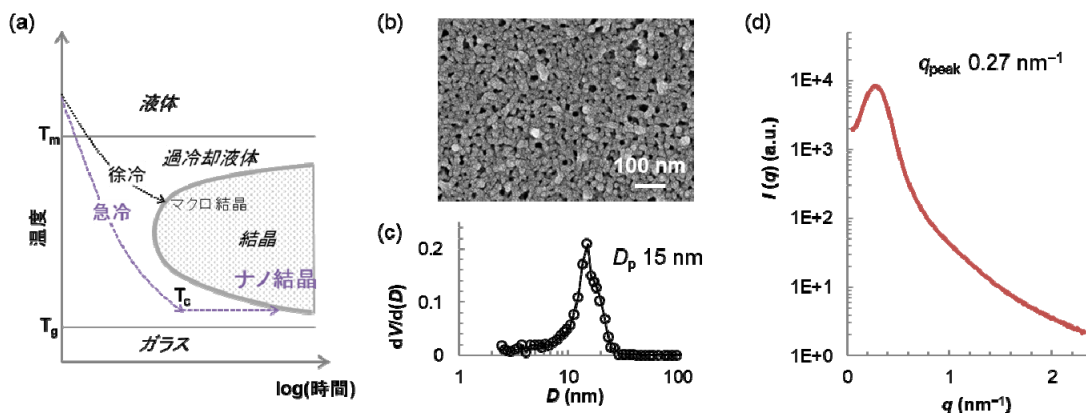
# 相分離による高分子のナノ多孔化技術と構造解析

佐光 貞樹  
物質・材料研究機構

微細孔を有する高分子多孔体は、電池用のセパレーターや水処理用のろ過膜、人工透析用の中空糸といった高付加価値な産業部材として利用されています。細孔サイズ・細孔構造・材質・形状といった材料特性の組合せには制約が多く、相分離現象を利用したナノ多孔化技術の進展が産業界で求められています。我々は、高分子溶液中の固液相分離現象（溶媒分子の結晶化過程）を研究し、高分子溶液を急速に凍結させる新たなナノ多孔化技術「急速凍結ナノ結晶化法」を開発してきました[1,2]。

高分子溶液を冷却すると溶媒分子が結晶化します。このマクロ結晶を細孔の鋳型とする結晶テンプレート法は古くから知られていましたが、細孔の微細化は困難だと考えられていました。我々は、低温になるほど核の生成頻度が増大し成長速度が低下するという結晶化理論の基本原則に着目し、ガラス転移温度に近い極低温で結晶化を行なうことで溶媒結晶サイズをナノスケールまで微細化できると考えました。実際、ポリスチレンなどの汎用ホモポリマーの溶液で急速凍結ナノ結晶化法を行なうと、10～100 nm の微細孔を持つメソ多孔体を得ることができました。テンプレートを用いていないにも関わらず、サイズが均一に揃った細孔分布が SEM・TEM 観察やガス吸着測定で確認できました。一方で、多孔化プロセスにおける溶媒分子のナノ結晶化過程は不明でした。我々は、放射光を用いた SAXS 測定がナノ結晶化を直接証明する有力な手段であると考え、時分割 SAXS-WAXS 同時測定を進めています。まだ解析途中ですが、前回の SAXS 測定で得られたデータの一部を本発表で報告する予定です。今後の研究の進め方に関して、多方面からのご助言いただければ光栄です。本研究の成果が、先端的な時分割 SAXS 測定を活用した高分子のナノ多孔化技術の新しい展開の一助になることを願っています。

『謝辞』 本研究は、物質・材料研究機構プルクサワン シラウィット氏、東京大学新領域創成科学研究科 横山英明准教授との共同研究です。SAXS 測定は PF BL-6A で継続中です（課題番号 2018G019）。



(a)急速凍結ナノ結晶化法の温度操作の模式図 (b) ポリスチレンメソ多孔体の SEM 画像 (c) ガス吸着法で評価した細孔径分布 (d) メソ多孔体（乾燥試料）の小角 X 線散乱プロファイル

[1] S. Samitsu, R. Zhang, X. Peng, M. R. Krishnan, Y. Fujii and I. Ichinose, “Flash freezing route to mesoporous polymer nanofibre networks”, *Nature Communications*, **4**, 2653 (2013). [2] 佐光貞樹 「ナノ結晶化相分離法による高分子メソ多孔体の作製」多孔質フィルム／膜の製造方法 第1章第2節 (2016) 13-32.