

プログラム名：超薄膜化・強靱化「しなやかなタフポリマー」の実現

P M 名：伊藤 耕三

プロジェクト名：破壊機構の分子的解明プロジェクト

委 託 研 究 開 発

実 施 状 況 報 告 書 (成 果)

平成 27 年度

研究開発課題名：

タフポリマー実現のための放射光構造科学基盤の構築

研究開発機関名：

国立研究開発法人理化学研究所

研究開発責任者：

高田 昌樹

I 当該年度における計画と成果

1. 当該年度の担当研究開発課題の目標と計画

a) 放射光分析プラットフォームの構築

放射光を用いた多様な分析法の中から、特にタフポリマーの開発に資する技術を先鋭化し、プロジェクトに広く提供可能とすることを目的として、放射光分析プラットフォームの構築を進める。タフポリマー専用の実験ステーションでは、特に、タフネスに関わる分子構造評価に焦点を当て、既存のビームライン設備では実施できない多様な条件下での計測に対応可能なプラットフォームの構築を進める。本年度は、プロジェクト参画企業から専用実験ステーションにおけるニーズの集約を行うとともに、それを踏まえた装置設計・整備を行う。

b) 放射光高輝度光を利用した測定・解析手法の提案・実施

タフネス化を目指す各種ポリマー材料について、放射光の高輝度性を生かした測定・解析手法を新規に提案し実施する。

2. 当該年度の担当研究開発課題の進捗状況と成果

2-1 進捗状況

a) 放射光分析プラットフォームの構築

主に小角散乱、X線光子相関分光測定を提供するためのタフポリマー専用実験ステーション構築に向けて、SPring-8 BL05SSの改造のための環境整備・資材調達に着手した。10月に入射X線を整形するための光学ハッチおよび、散乱測定を行う実験ハッチの基本設計を完了し、現在は各要素機器の開発を進めている。

光学ハッチについては、入射X線の発散を抑え、高い空間分解能で小角散乱測定を行うための光学系の設計、ミラー反射による光路変更に伴うビームライン輸送系の設計、および、放射線管理手続きを完了した。一方、実験ハッチについては、プロジェクト参画グループに対してアンケートを実施し、その結果を基に共通利用機器の整備を進めた。具体的には、0.5m~5mの範囲で試料-検出器距離を可変な小角散乱用真空パス、昇温条件下(<160℃)での高速・高ストローク(300mm/s、200mm)の引張に対応した双方向引張試験機の製作や、小角・広角散乱および高速ダイナミクス測定に必要な3種類の2次元検出器の調達を進めた。

本専用実験ステーションの特長は、試料設置空間(1m×2m)を完全なフリースペースとすることで、計測系は共通設備としながらも、各社が抱える開発課題をそのまま持ち込み、タフネス解析に供する点にある。そのために、小角散乱用真空パスについては、試料スペースは固定し、検出器位置を光軸上でスライドさせることで試料-検出器間距離を調整する方式を採用した。これら各装置については、次年度8~9月のSPring-8運転停止期間中の装置設置および秋季の稼働に向けて、順調に環境整備・資材調達を進めている。

b) 放射光高輝度X線を利用した測定・解析手法の提案・実施

プロジェクト参画企業と個別の課題について情報交換・議論を進め、測定・解析手法の検討を行った。本年度は特に、燃料電池の電解質膜の水和過程の解明、タイヤ材料の充填剤分散状

態評価を SPring-8 において実施する研究テーマとして、各課題を解決するための解析を実施した。

b-1)電解質膜の吸水ダイナミクス評価

燃料電池セパレータが、膨潤・収縮を繰り返すことによって劣化するメカニズムは、電解質膜の水和過程での分子構造と深く関わっていると考えられる。理研小角散乱ビームライン BL45XU のアンジュレータ光源から得られる高輝度性を生かし、水中に浸漬したフレミオン膜の吸水過程について水浸漬直後から最短 20ms 分解能での時分割小角散乱測定を行った。企業との情報交換を定期的に行い、成形条件の差によってタフネスの異なる試料の提供を受けて測定を行うことで、水和構造とタフネスの相関についての明らかにするための研究を進めている。

b-2)タイヤ材料における充填剤分散状態評価

タイヤ材料のタフネスを増加させる指針を得るため、シリカ粒子やブラックカーボンといった充填剤の分散状態が、タイヤのき裂進展とどのように関わっているかを、小角散乱データから明らかにするために、逆モンテカルロ法によって詳細に解析する準備を行った。解析プログラム開発を担当する ImPACT 専属の博士研究員を採用するとともに、数十万粒子の大きな系を扱えるプログラムコードを基盤としてタイヤ材料への最適化されたプログラムへの書き換えを進めている。

2-2 成果

専用実験ステーションの設置場所を SPring-8 BL05SS に確定し、小角散乱測定に必要な資材の調達を進めた。プロジェクト参画グループにアンケートを実施し、その結果を基に実験ステーションの改造案を作成し、各種散乱実験に必要な光学系、実験系の資材の調達手配を行った。

燃料電池セパレータ膜の吸水ダイナミクスを分子レベルで観測するために、専用の水中投入型セルを製作し、水浸漬直後からの水和過程について小角散乱測定を高速時分割で行った。その結果、水中投入直後から、親水基ドメインに対応する小角散乱ピークの増大、および低角へのシフトが観測された。これは、水和によって親水基ドメインの形成が急速に起こり、肥大化していることを示している。しかも、この水和過程は最初の数秒間で高速な肥大化を示し、ゆっくりとしたサイズの増大へと転移することが見出されており、その時定数は膜の成形条件によっても異なることが見出された。成形条件によってタフネスが異なることが知られており、今後の系統的な試料測定によってと吸水ダイナミクスとタフネスの相関を結びつける重要な知見が得られると考えられる。

2-3 新たな課題など

該当する記載事項無し

3. アウトリーチ活動報告

該当する記載事項無し