

平成 27 年 3 月 31 日

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

PM 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 26 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：

「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

タフポリマー実現のための放射光構造科学基盤を構築する準備を開始する。特に、硬 X 線を用いた小角散乱、X 線光子相関分光測定法プラットフォームの構築に向け、技術検討に着手するとともに、プラットフォームを構築する計測機器の機種選定を進める。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、各課題を解決するための方針について検討を進める。

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) 研究課題の設定ならびに実施計画の策定

プロジェクト参画企業と、個別の課題について情報交換・議論を進めた。それにより、本年度はまず、タイヤ材料の亀裂進展、および、燃料電池の電解質膜の膨潤・収縮による劣化過程の解明を SPrng-8 において実施する研究テーマとして選定し、各課題を解決するための方針について検討を進めた。

a-1) タイヤ材料の破壊メカニズム解明に向けた検討

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ダイナミクスがタイヤの亀裂進展とどのように関わっているのかを、X 線光子相関分光測定法を用いて明らかにする研究に着手した。また、ダイナミクスを解明すると同時に、充填剤の配置決定も重要な要素であることから、これまで蓄積されている小角散乱データを、逆モンテカルロ法によって詳細に再解析するための準備を開始した。

a-2) 電解質膜タフネス構造評価に向けた検討

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を明らかにするため、電解質薄膜の構造や化学状態変化を可視化する手法について検討を開始した。双方の研究所をお互いに訪問し、電解質膜研究の現状と SPrng-8 が有する分析技術に関して情報交換を行い、本研究に特に有効な手法の選定と研究計画について議論を行った。ここでは、小角散乱によるドメインサイズ評価、および、硫黄の軟 X 線その場化学分析による劣化反応の活性点の探索を中心に、研究を展開することを確認した。また、本研究では当初計画してなかった手法ではあるが、ラミノグラフィーによる微細構造 3 次元イメージングが電解質膜の状態変化の可視化に有効な手法であるとの結論に至り、同手法を用いた電解質膜の分析についても研究計画の検討を進めた。放射光を用いた試験測定用試料は既に SPrng-8 に届いており、来期のビームタイムが開始されるとともに、これらの手法を用いた分析を開始する予定である。

b) 放射光分析プラットフォームの構築

放射光を用いた分析法を、本プロジェクトに広く提供可能とするために、放射光分析プラットフォームを構築するための準備を開始した。本年度は、硬 X 線を用いた小角散乱、X 線光子相関分光測定法プラットフォームの構築に向け技術検討に着手するとともに、プラットフォームを構築する計測機器の機種選定を進めた。

b-1) タフポリマー専用実験ステーションの検討

主に小角散乱、X 線光子相関分光測定法を提供するための、タフポリマー解析専用実験ステーション整備の検討を開始した。本年度は、特に専用ステーションに導入する検出器に関する技術検討を重点的に行った。高速破壊現象下での時分割小角 X 線散乱測定での散乱像や、X 線光子相関分光測定でのコヒーレント散乱像などの微弱信号を検出するには、高速フレームレートかつシングルフォトンカウンティングでの高感度検出が必要である。そこで 3000Hz の高速フォトンカウンティング可能な 2 次元検出器の導入を決定し購入手続きを開始した。さらに、広い空間スケールでの構造評価に必要な広角領域での散乱像取得のために、大面積 2 次元検出器およびフラットパネル検出器についても具体的な検討を進めている。これらの分析機器の調達と並行し、アンジュレータの入れ替えに伴う光源の高輝度化を 2015 年度末に実施する予定である。

2-2 成果

プロジェクト開始後、参画企業と個別に研究課題に関する情報交換を行い、SPring-8 で実施する具体的な研究課題の洗い出しを行った。また、プロジェクトに広く分析環境を提供するプラットフォームの構築についても、各種測定に向けた検討進めるとともに資材調達を開始した。また、博士研究員の公募を行い、マイクロ力学物性の専門家を ImPACT 専属の研究員として採用した。本研究員は、AFM を用いて微少領域の弾性分布を可視化する技能を有しており、X 線分析と融合することで、ポリマー材料の力学的な変化と構造・化学状態の変化を結びつける新たな研究分野の創世につながると期待される。このような新しい分析手法の導入も含めて、次年度以降の研究遂行に向け着実に準備を進めている。

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

該当する記載事項なし