

(様式 5)

平成 30 年度秋田大学研究者海外派遣事業 帰国報告書

平成 31 年 1 月 15 日

所属・職名：理工学研究科システムデザイン工学専攻機械工学コース

氏名：山口誠

派遣期間：平成 30 年 7 月 17 日 ~ 平成 30 年 12 月 3 日

派遣研究機関名：英文 Otago University

：和文 オタゴ大学

研究課題：低波数ラマン散乱分光法による炭素繊維複合高分子材料の物性評価に関する研究

○研究概要（2000字程度）

研究目的

航空機の機体材料分野において、軽量性、高強度性、耐薬品性に優れた炭素繊維複合材料 (CFRP) の適用が進展しており、持続可能な社会の構築へ向けて、自動車などの一般車両への適用へも広がりつつあり、今後種々の産業分野への適用が期待されている。従来の CFRP は、マトリクス材料として、熱硬化性高分子が用いる熱硬化性 CFRP が用いられている。これは、加熱によって、三次元網目構造が形成され、重合反応(高分子化)により硬化させるものである。力学的特性に優れるものの、成形性・融着性における課題に加えて、成形時間が長く、高コストであるという課題がある。熱硬化性高分子に対し、加熱すると軟化し、冷えると固まる熱可塑性高分子をマトリクス材料として使用する熱可塑性 CFRP が注目を集めている。これにより、成形時間の短縮、安価、生産性が高くなることが期待される。

熱可塑性 CFRP の製造過程において、機械的特性に強く影響を及ぼす重要な指標の一つとして、結晶化度があげられる。これは、高分子の結晶部分と非晶質部分の比率であり、機械的特性と密接に関連している。この結晶化度を評価する手法として、示差操作熱量分析(DSC)、X線回折、赤外分光分析(FTIR)などが従来用いられている。しかしながら、炭素繊維を含有した複合材料においては、高分子からのシグナルに炭素繊維からシグナルが重なって観測されることから、正確な結晶化度を評価することが難しいという課題がある。また、炭素繊維周辺部において結晶化度が不均一になることも想定されることから、より高い空間分解能を有する評価手法が望まれている。そこで、次世代複合材料の進展に欠かせない熱可塑性 CFRP の結晶化度の評価手法の確立を目的とし、高い空間分解能をもつ顕微ラマン散乱分光法に着目した。

研究方法

ラマン散乱分光法は、格子・分子振動によって、光が非弾性散乱される現象を利用した分光法であ

(様式 5)

る。物質に入射された光と格子・分子振動が相互作用し、波長の異なる光が散乱され、入射した光の波長と、散乱された光の波長の差を測定することにより、物質固有の格子・分子振動数を得ることができる。光を用いた手法であることから、非破壊・非接触、大気中での測定が可能であり、顕微光学系を用いることで、高い空間分解能で測定を行うことができる。

高分子のラマンスペクトルを測定する上で懸念されることとして、微弱なラマン散乱光と比べて、強い発光を有することがしばしばあることがあげられる。この点を解決策として、可視領域の発光を避けるために赤外～近赤外光励起でラマン測定を行うことや、ラマン散乱光が光照射領域のみから観測されることを利用し、高い共焦点性を有する光学系を用いることで、解決できるものと考え取りくんだ。

研究結果

高い共焦点性を有する顕微ラマン装置を用いた結果を示す。図1は、励起波長 532 nm と 785 nm のそれぞれの場合の顕微ラマンスペクトルである。スペクトル領域全体にわたるブロードなバックグラウンドが発光、鋭いピークがラマン散乱光である。高い共焦点性により、励起波長 532 nm においてもラマンピークを観測することができている。励起波長のより短い 785 nm においては、発光の強い可視領域からはずれることから、バックグラウンドが低下したラマンピークを観測することができる。図2は励起波長 785 nm の測定において、試料に励起光を照射し始めてから1分毎に連続して測定した結果である。バックグラウンドの発光が時間とともに減衰していく様子が観察された。これは高分子材料におてしばしば観測される現象であり、バックグラウンド低減のためには、数分間光照射後に測定することにより、ラマンピークをより鮮明に観測できることがわかった。結晶化度によるラマンスペクトルの変化を観察するために、結晶化度の異なる試料を作成した。試料の結晶化度は熱処理温度によって調整した。熱処理後の試料はX線回折およびDSCによって結晶化度を求めた。図3はX線回折のスペクトル例である。鋭いピークが結晶、ブロードなピークが非晶質に由来するピークである。結晶、非晶質に由来するピークをそれぞれローレンツ関数、ガウス関数としピーク分を行うことによって、結晶化度を算出した。図4は結晶化度によるスペクトル変化の一例を示す。熱処理温度によってスペクトルが変化することがわかる。これらのスペクトルをピークフィッティングおよび多変量解析により解析することによって、結晶化度によるスペクトル変化について議論することができた。

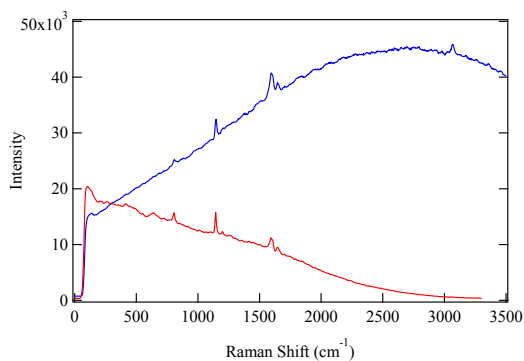


図 1: ラマン散乱スペクトル (532 nm, 785 nm)

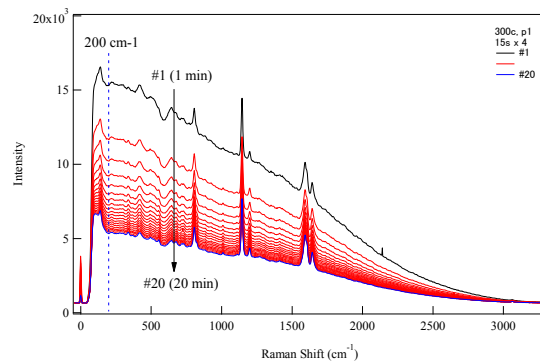


図 2: 連続スペクトル

(様式 5)

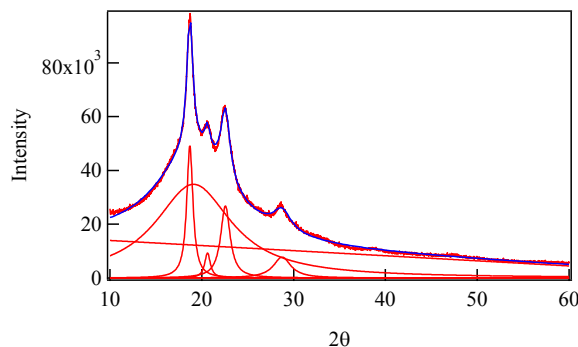


図 3: X 線回折スペクトル

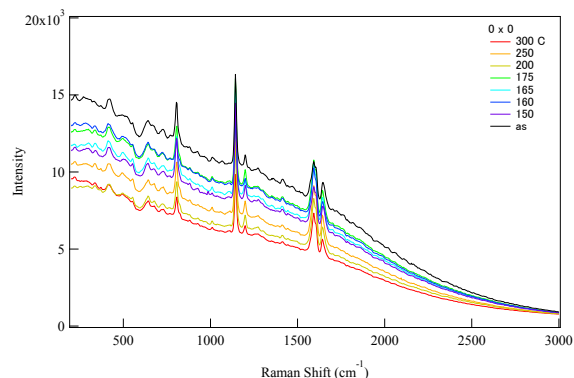


図 4: 結晶化度によるスペクトル変化

○海外派遣事業中の研究等活動が、帰国後の研究・教育等の活動にどのように反映される見込みか概括ください。

秋田大学では、秋田県の地方版総合戦略の最重要施策に関わるプロジェクトとして、複合材の革新的な低コスト製造技術や接合検査技術の開発を行う「新世代航空機部品製造拠点創生事業」が行われている。今回の派遣事業で取り組んだ高分子材料の構造評価は、複合高分子材料の高品質化を目指す上で欠かせない結晶化度の評価法として有力なものであり、航空機機体構造物をはじめとして、自動車分野や福祉医療分野等の幅広い分野にわたる複合材料開発に貢献できるものと考えている。

さらに、派遣先大学との連携を継続的に行い、共同研究、学生の派遣など研究・教育に寄与していきたい。なお、2019年7月には Gordon 教授が実行委員の中心メンバーとなっている国際会議 (International Conference on Advanced Vibrational Spectroscopy (ICAVS)) がオークランドで開催されることから派遣中の結果をまとめた講演発表を行う予定である。

○研究期間全般にわたる感想

オタゴ大学は、ニュージーランドの南島南東部オタゴ地方沿岸部の人口 12 万人のダニーデン市にある国立大学で、設立は 1869 年、ニュージーランド最古の高等教育機関である。(ニュージーランドにある大学はすべて国立であり、現在 8 大学) 20000 人以上の学生と 100 か国からの留学生が在籍している。ニュージーランドの南島では、医学系専攻をもつ唯一の教育機関であることから、医学、薬学、歯学などが盛んである。そのためか私が滞在した化学科でも、医薬品に関連したテーマに取り組んでいる研究室が多かったように感じられた。

Gordon 教授は、オタゴ大学の化学専攻に所属され、分光法と計算化学を用いた研究を行っている。導電性ポリマー、ナノ構造電気材料、乳製品および医薬品の物性特性から、食品、環境など様々な分野にわたって研究が行われていた。Gordon 教授は物理化学分野の基礎的研究で数多くの学術的な成果をあげられている。一方で、食品や環境など周辺分野への分光法の適用を積極的に取り組まれている。私の滞在中においても、近郊の農業関連の研究所へ分光装置一式を自家用車に載せ研究室総出で測定にいくこともあり大変興味深かった。従来分光法が用いられていない分野にも積極的

(様式 5)

に目を向け、広い視野をもって、取り組むことの重要性をあらためて学んだ。

化学専攻の多くの研究室において、ポストドク、博士課程の学生が多く所属していたが、特に Gordon 研究室は、博士課程の学生が 7 名おり非常に活発に研究活動を行っている印象を持った。専攻長を務められ多忙な Gordon 教授も、短時間でも時間をつくり実験室に足を運ばれており、常に学生と議論している様子が見られた。また、外部機関との連携を数多く行われているようで、私の派遣期間においても、私以外に、韓国・UNIST からのサバティカル受入れされていた。その先生とも、日々いろいろと議論することができた。また、金曜日の午後が研究室の報告会があり、毎回、非常に活発な議論が行われた。私も、その週に取り組んだ内容について報告し、Gordon 教授からのアドバイスを含め、他の学生からも意見をもらえることがあり大変勉強になった。

本事業で得られた研究成果、また、派遣先研究機関とのネットワークをもちいて、これからの本学での教育、研究、国際交流に貢献できるよう努める所存です。



研究室のメンバー

※報告書は、国際交流センター刊行物（Web サイト含む）に公開（次ページからの評価は除く）を予定しておりますので、電子データをご提出ください。