

基調講演の概要

放射光粉末回折法による MOF のガス吸着構造研究

大阪公立大学 理学研究科教授 久保田佳基

有機金属構造体(MOF)はガス分子と同程度の大きさで形の揃った細孔構造を持ち、極めて高いガス吸着特性を示す。その設計性の高さから多くの研究者を魅了し、膨大な数の論文が創出されている。これら MOF の物性研究、応用研究にあたり、構造情報、すなわち、MOF の骨格と吸着ガス分子の位置や配向、結合状態は基礎的で重要な情報である。MOF は結晶物質であるため X 線回折により細孔内に吸着したガス分子まで含めたイメージングが可能である。本セミナーでは放射光を利用した粉末回折ガス吸着その場測定による MOF の構造研究について紹介する。

口頭発表、ポスター発表の概要

X 線小角散乱を用いた毛髪補修効果に関する毛髪内微細構造解析

(株)ミルボン 小林和樹

女性が美しい髪を保ちたいという願望は世界共通であり、多くの女性が洗髪やヘアドライヤー、ヘアアイロンなどの日常的な美容習慣によって髪を美しく整えている。しかし、これらの美容習慣は毛髪ダメージの発生要因となることも広く知られている。我々はこれまで、日常の洗髪行為に着目し、特に毛髪の温潤と乾燥を繰り返すことで生じる毛髪ダメージ（乾湿ダメージ）に焦点を当てて研究を進めてきた。その結果、乾湿ダメージによって毛髪の力学特性および毛髪内微細構造に変化が生じることを見出してきた。このような毛髪ダメージに対して、我々は毛髪内微細構造の安定性を高める成分の探索を行った。その結果、示差走査熱量測定により、毛髪内微細構造の安定性を向上させる成分としてトレハロースおよび、ポリエチレングリコールを見出した。さらに、あいちシンクロトロン光センターBL8S3において毛髪内微細構造の解析を行った結果、トレハロースおよびポリエチレングリコールは、乾湿ダメージによって崩れた毛髪内微細構造を補修する可能性が示唆された。

水素雰囲気中での In-situ XAFS 測定による Pt 系薄膜材料の触媒機能の解析

秋田県産業技術センター 山根治起

燃料電池や水素センサなどで用いられている Pt 系材料に関して、触媒機能の把握を目的として水素雰囲気中での In-situ XAFS 測定を実施した。Pt 薄膜の水素暴露後の酸化促進や、Pt 表面層が酸化還元反応に与える影響について評価することができた。

界面欠陥導入 Pt/CNT 系触媒の性状と酸素還元反応活性の関係に関する検討

東京理科大学 田中優実、山田彩加、小関亨、岩崎秀

固体高分子形燃料電池 (PEFC) の高性能化に向け、酸素還元反応 (ORR) 触媒における白金使用量の削減と高活性化が求められている。我々は、カーボン担体効果に基づく白金の電子状態に関する検討を通じて、グラファイト構造中の欠陥部位 (V サイト) に吸着した白金

(V サイト Pt) が ORR 活性の向上に寄与する可能性を見出した。そこで本研究では、カーボンナノチューブ (CNT) を担体として、Ar プラズマエッチングおよび白金スパッタリングにより界面欠陥を導入した Pt/CNT 系触媒を調製し、Pt L₃端 XAFS 測定により白金種の局所構造および電子状態を評価した。その結果、標準 Pt/C 触媒と比較して XANES エネルギーシフトならびに構造揺らぎに差異が認められ、界面欠陥に起因する白金の電子状態および局所構造の変化が ORR 活性発現に関与している可能性が示唆された。

燃料電池触媒層の状態イメージングに向けた BL11S2 の 2D/3D-XAFS 測定システムの検討

(株)東レリサーチセンター 八尋惇平、国須正洋

2D/3D イメージング XAFS は、価数・化学状態の空間分布を評価する手法として着目されており、電池材料や環境試料など幅広い分野への適用が期待されている。一方で、本手法には材料の形態などに起因する制約があり、良質なデータを得るためにには、適切な試料条件および測定条件の設定が不可欠であることが、実用面での課題となっている。本研究では、燃料電池触媒層における貴金属元素の 2D/3D-XAFS 測定について、実用化に向けた条件の検討を行った。

Structural Elucidation of Sulfur Confined in Nanoporous Carbon for Lithium–Sulfur Battery Applications

信州大学 古瀬あゆみ

次世代の二次電池として有望な Li-S 電池について、多孔性炭素細孔内の硫黄構造の解明が重要である。放射光 XRD 測定から硫黄の細孔径に伴う構造変化を検出し、細孔径が 0.6 nm の系では S₃ のような小分子が安定化していることを見出し、電池特性との検討が待たれる。

NEXAFS によるポリブチレンテレフタレートフィルムの配向性評価検討

住友ベークライト(株) 首藤靖幸、甲斐英樹

フレキシブルプリント基板(FPC)保護用カバーレイフィルムとして、耐熱性、離型性、埋め込み性に優れるポリブチレンテレフタレート(PBT)を最表面に有する多層フィルムを検討している。FPC 表面の絶縁材にはポリイミドおよびエポキシ樹脂接着剤が用いられており、離型性(剥離強度)はフィルム表面の極性官能基間の相互作用に左右されることから、PBT 表面の官能基の配向度の把握および制御が重要である。

本検討では PBT 最表面のカルボニル基の配向度を評価することを目的に、水平偏光 X 線を用いた角度依存 NEXAFS 測定を検討した。産業用フィルムでは 10—200 μm の厚さのものを用いるため、実材料で適切な NEXAFS スペクトルを得るには帯電対策が必要となる。このため、本検討では種々の厚さの PBT フィルムに対し金属蒸着を施し、NEXAFS スペクトルを取得可能な条件検討を行った。得られた条件において C K-edge および O K-edge NEXAFS スペクトルを取得し、表面官能基の配向度の評価を行った。

極低温合成したカーボン系薄膜の NEXAFS 構造解析

山梨大学 北原広貴、佐藤哲也

極低温冷却 Si 基板上に炭化水素やフルオロカーボンガスを凝縮しながら電子励起することにより DLC 薄膜を合成した。BL7U にて C K-edge NEXAFS 測定を行い、XPS 等の表面分析と併せて物性評価した。比較のために、高周波プラズマ CVD 合成 DLC と比較した。

Ti 膜/シリカフィラー含有エポキシ樹脂界面の化学結合状態評価

名古屋大学 牧原克典

シリカフィラーを含有したエポキシ樹脂上にスパッタ形成した Ti 膜をウェットエッチングにより薄膜化した後、あいちシンクロトロン光センターの BL6N1 において Ti/樹脂界面における化学結合状態を評価した結果、界面では Ti が酸化することで SiO₂ フィラーが還元されるとともに、Ti がシリサイド化することを明らかにした。

CNF 分散銅抗菌剤の化学状態分析

あいち産業科学技術総合センター 福岡修、杉山信之、森川豊、伊藤雅子、原田真

水系溶液中に銅粒子を分散、保持させるために添加するセルロースナノファイバー (CNF) が、銅の化学状態及び抗菌性能に与える影響について調査するため、X 線吸収分光測定を行った。本発表では、銅粒子の化学状態について CNF 有無の条件で比較し、さらにそれらの経時変化について分析した結果について発表を行う。

ポリマーブレンドの 3 次元可視化手法の検討

あいち産業科学技術総合センター 杉山信之、福岡修、中西裕紀、原田真

機能性向上のため複数のポリマーが混合された試料について、その 3 次元構造の解明を目的として、シンクロトロン光を用いた屈折コントラスト X 線 CT 測定を行った。ポリプロピレンを芯としてその周りにポリメチルペンテンを配置した芯鞘構造の繊維の屈折コントラスト X 線 CT 測定を行ったところ、吸収 X 線 CT 測定ではほとんど違いが見られなかった芯と鞘の境界をはっきりと視認することができた。本発表では、両手法の密度分解能や空間分解能の違いについて、比較検討した結果を報告する。

液状化防止工法で用いる長期耐久性シリカ系薬液注入材の構造変化

富士化学(株) 笹原茂生、上條由人

近年、多発する災害に備えるため、日本では『国土強靭化』が進められている。その取り組みの一つに、液状化対策としてシリカ系薬液を地盤中に注入・固結させる薬液注入工法が用いられる。本研究ではゲル化したシリカ系薬液注入剤を加温養生し、小角 X 線散乱測定を行うことでシリカ骨格の構造変化の促進試験を試みた。加温により、フラクタル次元や一次粒子体積の変化を促進できた。今後は耐久性（一軸圧縮強さ、収縮）との比較検討を行う。

バルブ機構を有する多孔性カーボン材料の構造検査法の開発 一積層構造と乱層構造一

信州大学 大塚隼人

多孔性カーボン材料の細孔入り口に導入した「グラフェン様構造体」は 200°C に加熱すると開き、冷却すると再び閉じる、バルブ機能をもつ。バルブ機構を有する多孔性カーボンは大気圧で従来の吸着材を上回るメタン貯蔵能を有する。本課題ではバルブ機能とグラフェンの積層構造と乱層構造の関係をシンクロトロン光 XRD 解析を用いて明らかにし、グラフェンバルブカーボンをより貯蔵が困難な水素の常温・常圧での貯蔵へと展開するための知見を得る。