

Top-down照射型nano-IR2による自動車材料の微小領域化学状態解析

荒木 祥和

株式会社日産アーク

〒237-0061 横須賀市夏島町1番地

araki@nissan-arc.co.jp

1. はじめに

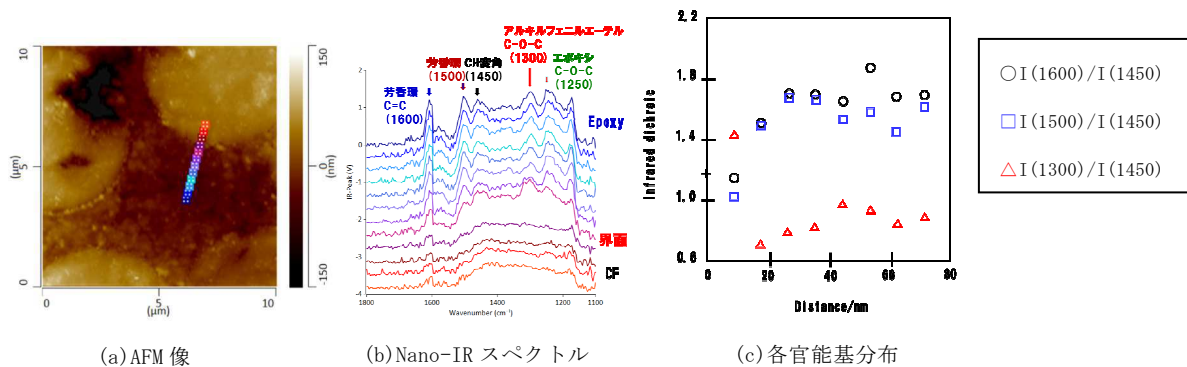
近年、高分子材料は多成分相の分散、混合および積層構造によって高機能化を実現しており、材料の分散状態、界面における官能基の情報は、効果的な研究開発を進める上で必要不可欠である。これらの情報を得る分析手法としては赤外分光分析法（FT-IR）が有効であるが、その空間分解能は $\sim 10 \mu\text{m}$ が限界であり、nmオーダーの微小エリアにおける結合状態を把握することはできなかった。本講演では、赤外分光分析法に原子間力顕微鏡（AFM）の技術を組み合わせた結果、数十nmという空間分解能を実現したnano-IRについて述べる。

2. nano-IRの測定原理

nano-IRの測定原理は光熱励起共鳴効果（PTIR：photo thermal induced resonance）を活用している。具体的には、試料に波長可変赤外線レーザーを照射し、赤外光を吸収する際に生じる局所的な熱膨張をAFMのカンチレバーにより検知する。カンチレバーにおける励起共鳴振幅は、試料に吸収された赤外線照射量に比例するので、レーザー波長を $900\sim 3600\text{cm}^{-1}$ 範囲において可変し、連続測定することによって集めたデータを高速フーリエ変換することでIRスペクトルを得る。

3. CFRPのCF/エポキシ樹脂界面における化学状態変化

下図にCF/エポキシ樹脂界面におけるIRスペクトル変化を示す。CF界面からエポキシ樹脂に向かって、芳香環、CH変角等のピーク強度が傾斜的に増加し、また、アルキルフェニルエーテルのC-O-Cのピーク強度がCF界面において顕著に局在化していることがわかった。講演では、その他実用材料の分析事例を多く紹介する。



2015.8.28
九州大学先端物質化学研究所・九州シンクロトロン光研究センター合同シンポジウム
ー物質化学が導く材料創生とシンクロトロン放射光が解く構造・機能のコラボレーションー

NISSAN ARC
Nissan Advanced Research Center

Top-down照射型nano-IR2による 自動車材料の微小領域化学状態解析

株式会社日産アーク
デバイス機能解析部
荒木 祥和
araki@nissan-arc.co.jp

Partner

(株) 日産アーク会社概要

設立 1990.12.17
(日産自動車と関連会社の出資でスタート)

1991：外販開始
1996：厚木分析センター開設
2002：日産自動車100%子会社化
2004：Spring 8利用開始
2010：LEAF製品化支援
2013：外販率50%超
2014：「京」利用開始
2015：文科省科研費認定機関

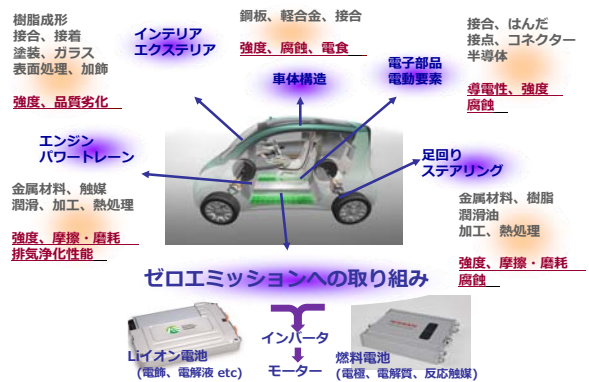



■ 資本金：4億円
■ 所在地：神奈川県横須賀市(本社)・厚木市
■ 従業員数：107名

(2015.6.1)

2

多岐にわたる材料・プロセス開発へのソリューション提供



樹脂成形
接合、接着
塗装、ガラス
表面処理、加飾

鋼板、軽合金、接合

接合、はんだ
接点、コネクタ
半導体

電子部品
電動要素

強度、品質劣化

強度、腐蝕、電食

強度、導電性、強度
腐蝕

エンジン
パワードレーン

足回り
ステアリング

金属材料、触媒
潤滑、加工、熱処理

金属材料、樹脂
潤滑油
加工、熱処理

強度、摩擦・磨耗
排気浄化性能

強度、摩擦・磨耗
腐蝕

ゼロエミッションへの取り組み

Liイオン電池
(電貯、電解液 etc)

インバータ
モーター

燃料電池
(電貯、電解質、反応触媒)

3

日産アークにおける高度解析技術開発

電池解析を中心に高度解析技術開発に注力

量子ビーム

- 放射光
- Spring-8 KEK 立命館SR
- In situ XAFS, μ -beam X-rays HAX-PES, etc.
- 中性子/ミュオン
- J-PARC (中性子回折、MuSR)

高磁場NMR

- 超高磁場NMR (~930MHz)
- High speed MAS probe (70kHz)
- In situ NMR

Advanced analysis of LIB Materials

ナノスケールプローブ

- 環境制御型EC-SPM
- Nano-IR
- In situ Raman

第一原理計算

- スーパーコンピュータ
- (地球シミュレータ、京)
- XANES, ELNES, NMRシミュレーション

4

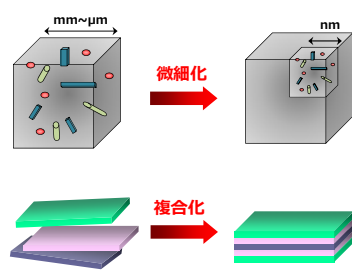
本日の内容

- 50nm領域の赤外分光技術開発**
 - 材料開発は微細化・複合化へ
 - 既存装置の分解能について
 - Nano-IRの開発について
- Nano-IRの測定事例**
 - PA6/PA12のナノ相分離構造の評価
 - CFRP/エポキシ樹脂界面の官能基分布
 - ナノメカニカルスペクトル (LCR)
 - 燃料電池電解質膜の水分子構造のイメージング
- Nano-IRの最新情報**
 - QCL (量子カスケードレーザー) を用いた単分子膜の測定事例
- おわりに

5

50nm領域の赤外分光技術開発

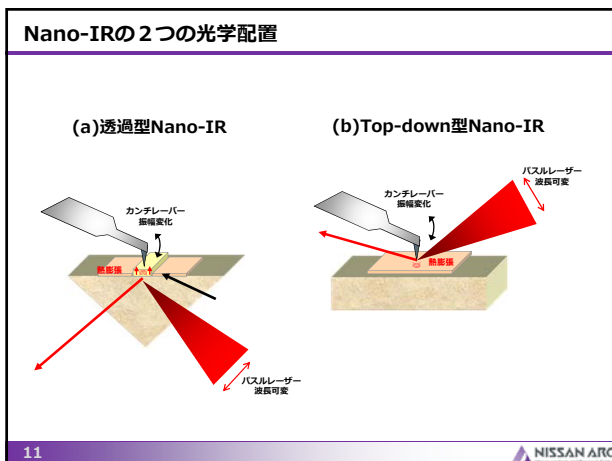
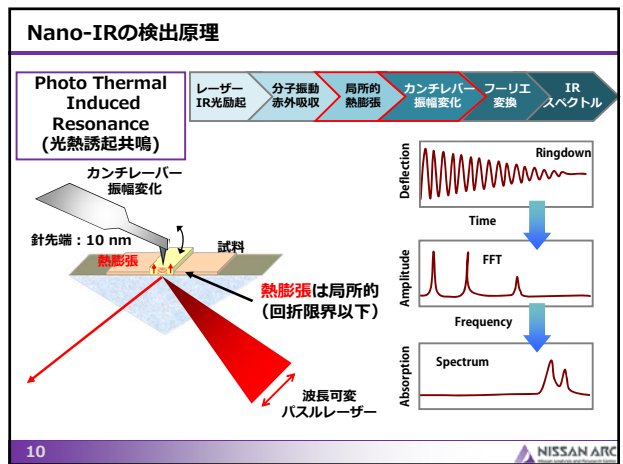
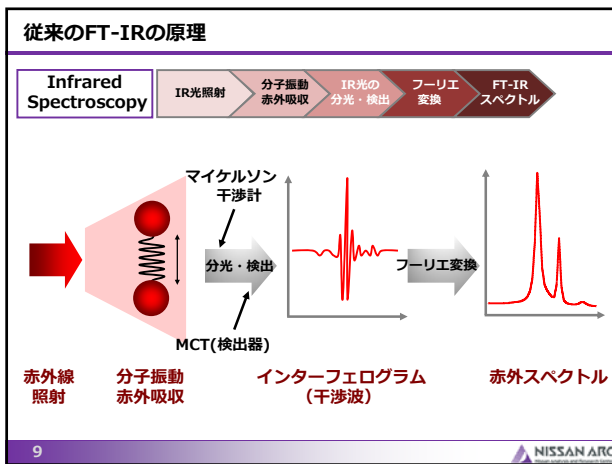
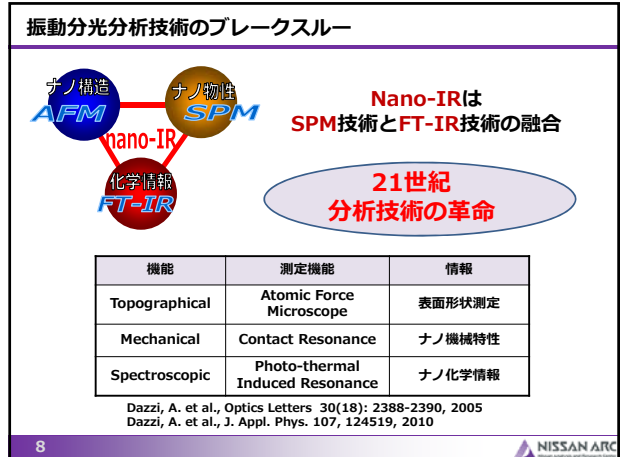
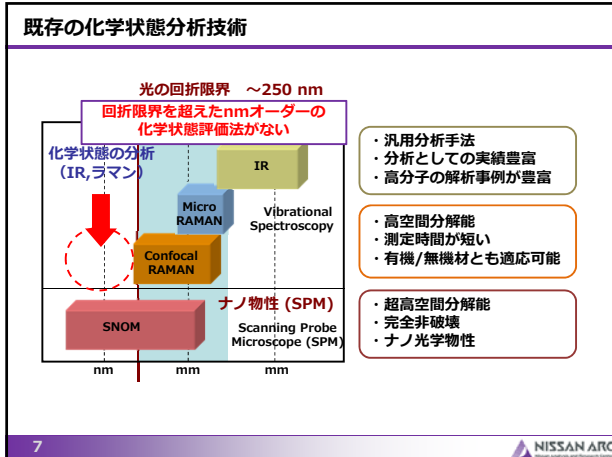
近年の材料開発動向として、優れた機能 (**接着性**、**凝集力**) や新しい特性を重視した高次構造の微細化や複数の成分を混合した**機能性材料**の開発が進められている。



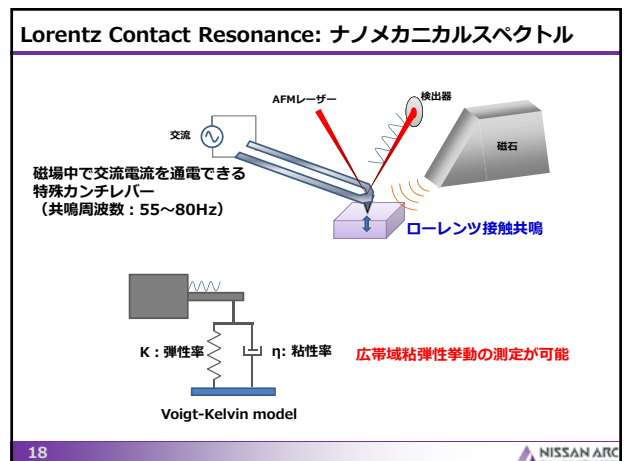
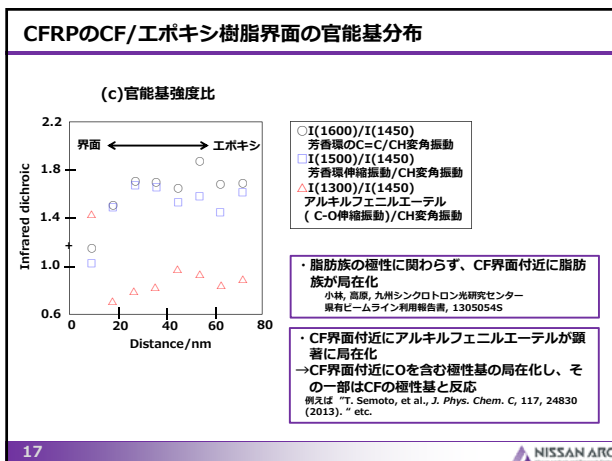
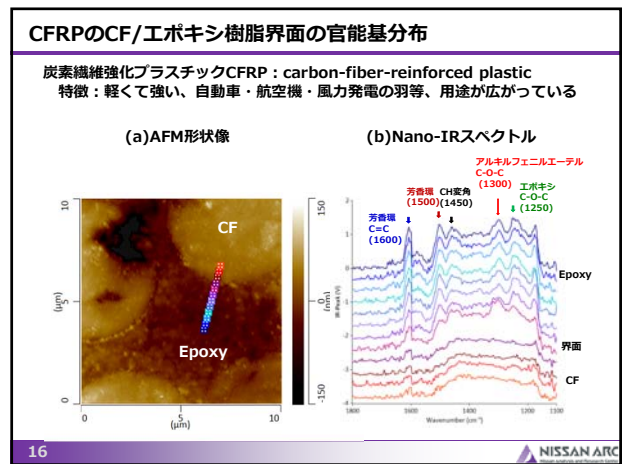
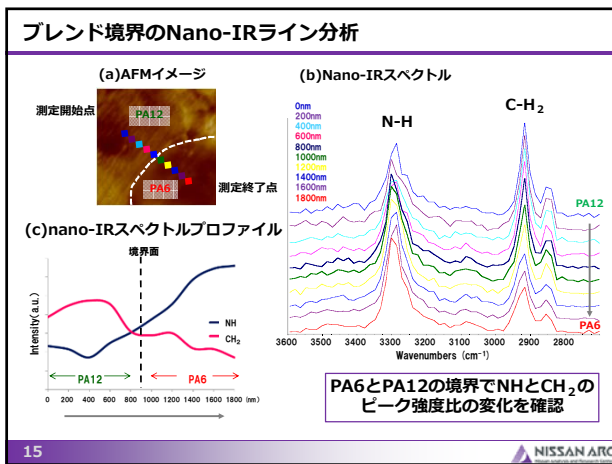
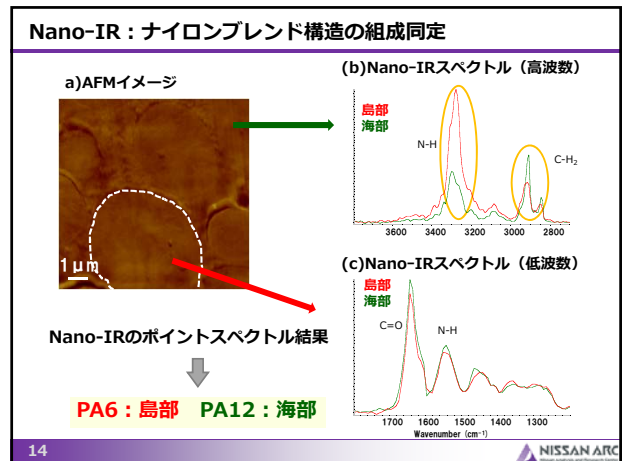
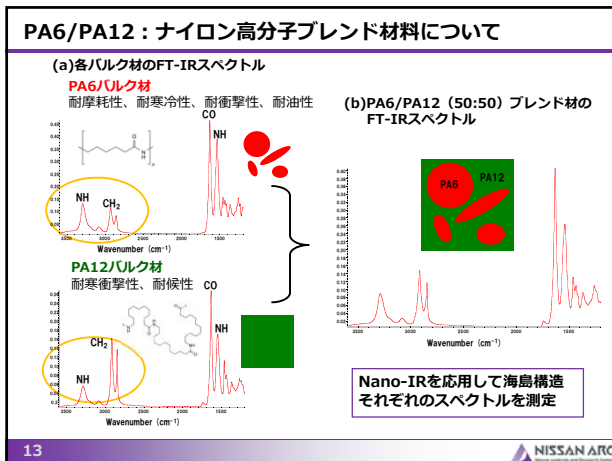
材料開発で知りたい情報

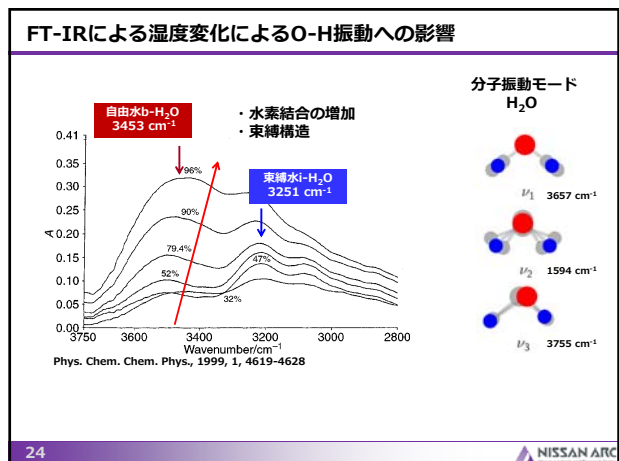
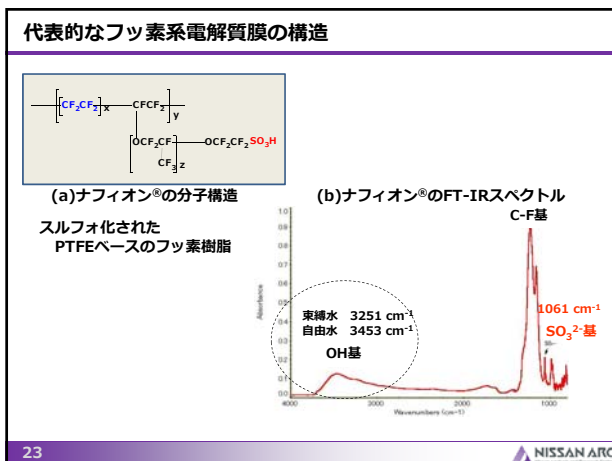
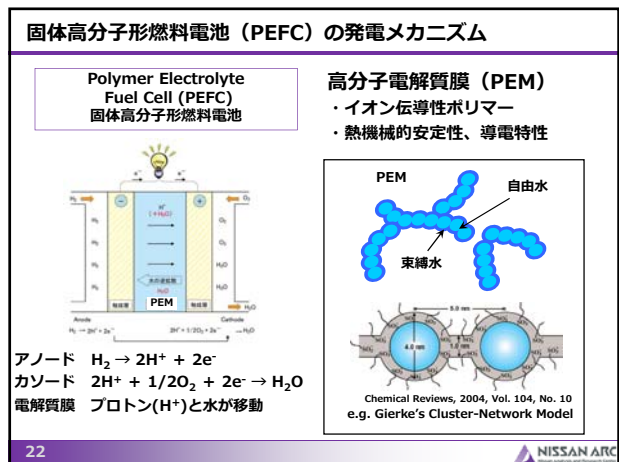
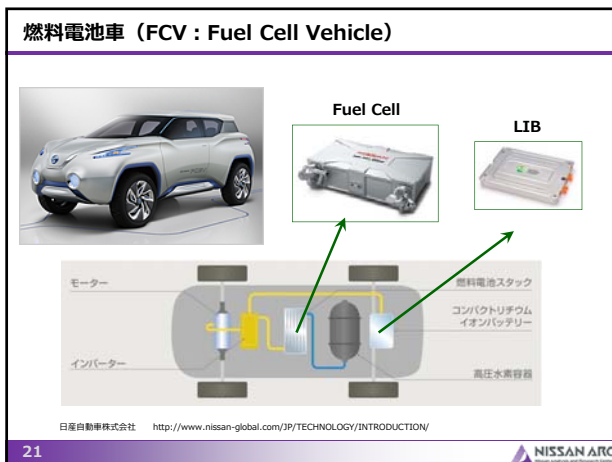
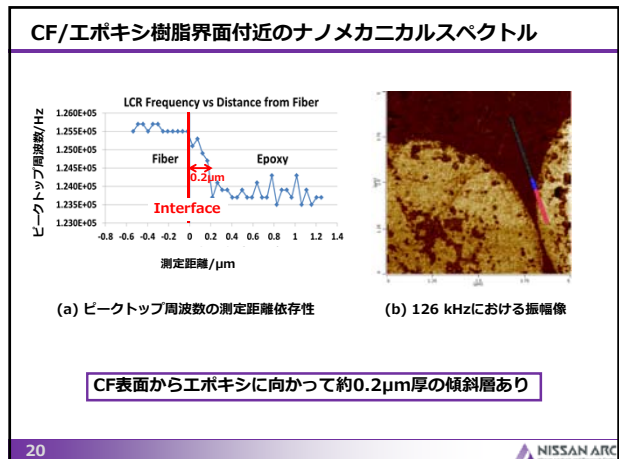
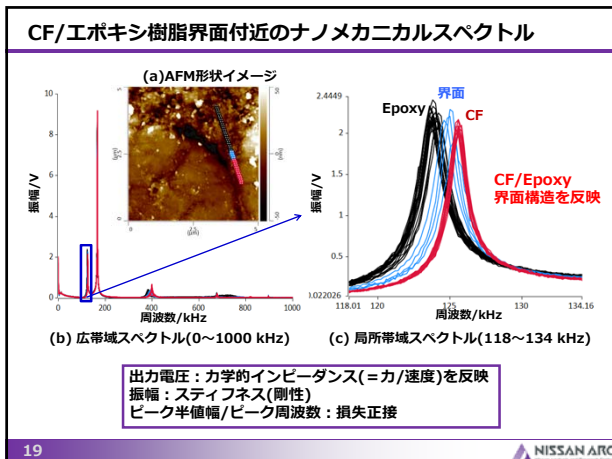
- 材料の分散状態 (均一性)
- 複合材界面での表面官能基
- 化学結合状態

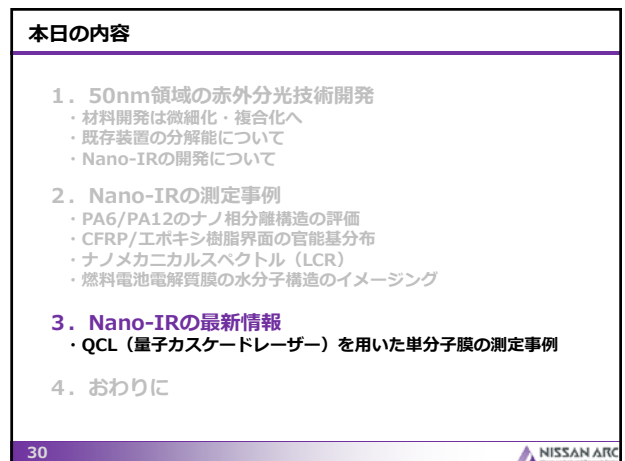
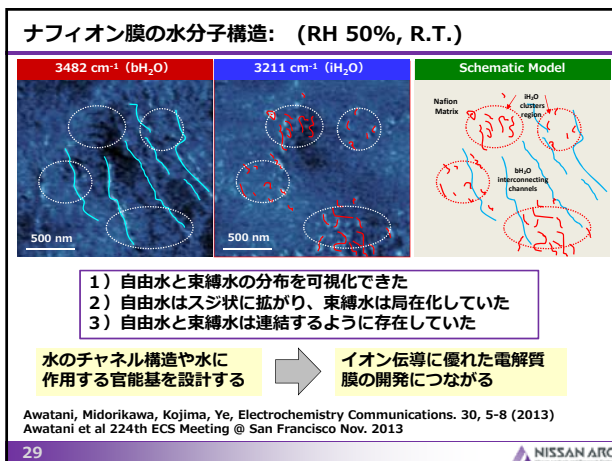
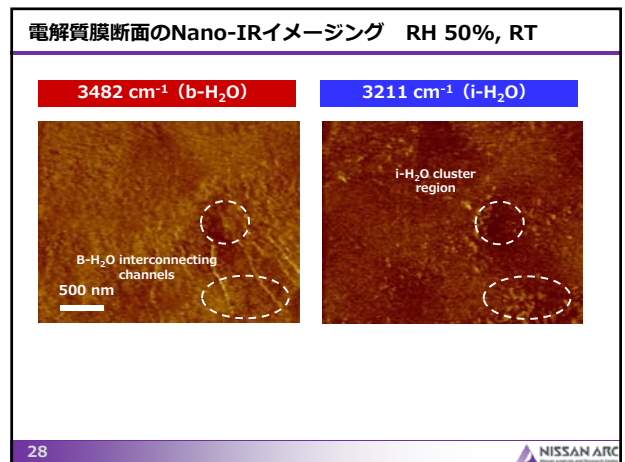
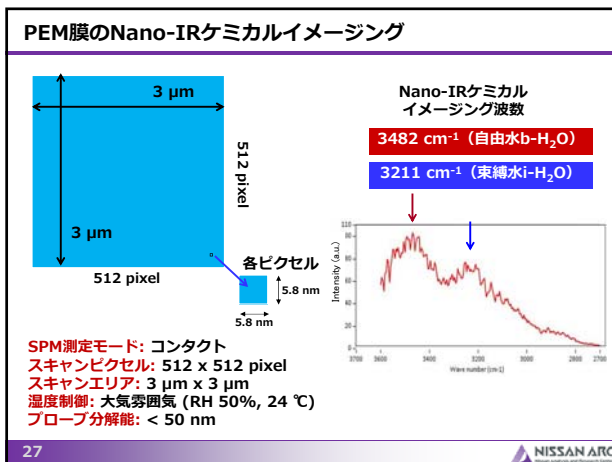
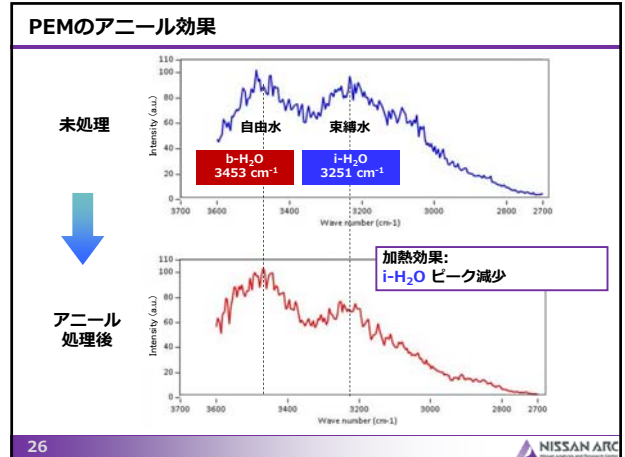
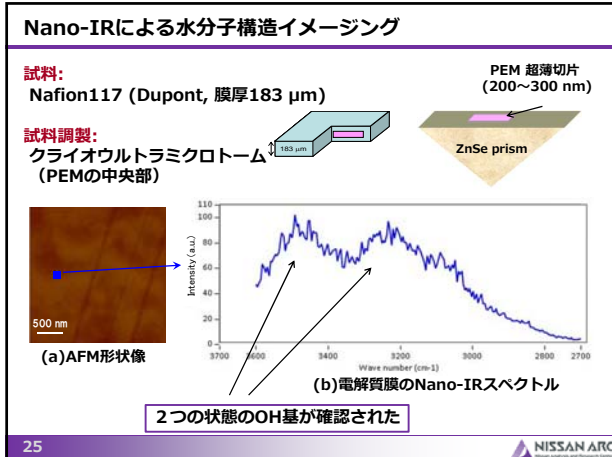
6



- ### 本日の内容
- 50nm領域の赤外分光技術開発
 - 材料開発は微細化・複合化へ
 - 既存装置の分解能について
 - Nano-IRの開発について
 - Nano-IRの測定事例
 - PA6/PA12のナノ相分離構造の評価
 - CFRP/エポキシ樹脂界面の官能基分布
 - ナノメカニカルスペクトル (LCR)
 - 燃料電池電解質膜の水分子構造のイメージング
 - Nano-IRの最新情報
 - QCL (量子カスケードレーザー) を用いた単分子膜の測定事例
 - おわりに
- 12

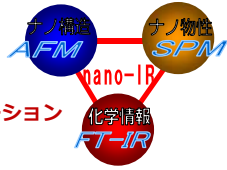






おわりに

- ・ SPMとFT-IRの分析力の融合
光の回折限界以下のIR分析
SPMに化学分析機能を増強



- ・ 高分子材料での幅広いアプリケーション
界面での表面官能基
表面・界面での結晶状態
組成の分散状態

ご清聴ありがとうございました。

Thanks to:

日産アーク: 粟谷正、緑川ひろみ、北野律子、児嶋伸夫、叶際平、谷本智

Anasys Instruments: Mike Lo, Kevin, Kjoller, Rohsan Shetty,

Light Light Solutions: Curt Marcott