

文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ
令和4年度米国 NNCI 施設利用研修プログラム 参加報告書

所属・学年	早稲田大学大学院創造理工学研究科総合機械工学専攻 博士後期課程1年
研修テーマ	Stability of Titanium Oxide Hydrates in Cellulose-Based Films For 'Green Photonics'
研修先	Georgia Institute of Technology
受入担当者	Natalie Stingelin
研修期間	2022年6月7日～2022年8月12日
研修内容	次世代グリーンフォトニクスを実現するため、優れた光学特性を有する有機無機ハイブリッド材料の開発が必要とされている。そこで本研修では、光学応用に向けた酸化チタン水和物とセルロース誘導体による有機無機ハイブリッド材料の開発に取り組んだ。まず、酸化チタン水和物とのハイブリッド材料に適したセルロース誘導体の探索を行った。次に、ハイブリッド材料の化学的安定性を向上させるため、最適な安定化剤の添加条件を調査した。そして、ディップコーティング法を用いて酸化チタン水和物-セルロースハイブリッド光学フィルムを作製し、光学マテリアルへの応用可能性の実証試験を行った。
研修の成果等	<p>従来、酸化チタン水和物とセルロースのハイブリッド材料に用いるセルロース誘導体として Carboxymethyl Cellulose (CMC)検討されていたが、チタンと凝集体を形成してしまうという課題があった。そこで、CMC に代わって水素結合を形成しにくい分子構造を有する Hydroxyethyl Cellulose (HEC)を用いることで、凝集体の形成を抑えることに成功した。凝集体を定量的に評価するため動的光散乱法により凝集体の粒径を計測し、CMC を用いた場合と比べて HEC を用いた場合の方が凝集体の粒径が小さくなることを確認した。また、凝集を抑えて化学的安定性を向上させるためにクエン酸による溶液の安定化に取り組んだ。結果、クエン酸を添加することで酸化チタン水和物-セルロースハイブリッド材料の安定性を長期間にわたって安定させることに成功した。具体的には、従来はハイブリッド溶液調製後5日程度で酸化チタンの結晶化が始まっていたが、クエン酸による安定化後は20日以上の間、ハイブリッド溶液を安定化させることができた。</p> <p>そして、本研修では米国の装置共用制度についても学ぶことができた。研修先である Georgia Institute of Technology では最先端の研究機器が学内外に開放されており、利用料金を払えば手軽に利用することができるため、学内外の様々な研究者が利用していた。また、サポート体制も整っていることから、利用するうえでの不安を容易に解消することができ、これが継続的な利用につながっていると感じた。</p>

文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ

令和4年度米国 NNCI 施設利用研修プログラム 参加報告書

所属・学年	豊田工業大学大学院 工学研究科 先端工学専攻・修士一年
研修テーマ	Pyrolysis of two-photon polymerized foam structures
研修先	University of Nebraska Lincoln, Laser Assisted Nano-Engineering Lab
受入担当者	Dr. Yongfeng Lu
研修期間	2022/6/1-8/11
研修内容	<p>本研修の目的は、二光子重合を利用したレーザー直接描画法により作製した三次元発泡構造体を、熱分解によってその微細構造を維持したままレーザー直接描画法の分解能の限界を超えて低密度・微細化することである。低密度の発泡構造体は、メタマテリアル、電極、触媒、生体足場など幅広い応用が期待されている。作製後および熱分解後の構造体に対して、走査型電子顕微鏡 (SEM) とラマン散乱分光法による分析を行い、熱分解条件の最適化に取り組んだ。二ヶ月間の研究成果は UNL においてポスター発表、Louisville 大学で口頭・ポスター発表により報告した。</p>
研修の成果等	<p>市販の液体光硬化性樹脂 (IP-Q, Nanoscribe GmbH, Germany) を、Nanoscribe 社の光造形装置を使用した赤外線レーザーによる二光子吸収という現象を用いて付加重合させ、三次元発泡構造体を印刷した。この構造体の作製方法は 3D プリンターと類似したものである。印刷後の構造体に対して熱分解処理を施すことによってさらなる低密度・微細化を試みた。特に熱分解過程の最高温度と熱分解時間が発泡構造体の収縮と組成の変化に及ぼす影響を明らかにした。</p> <p>液体の樹脂と比べて、印刷後の構造体から観測された炭素二重結合のピークが減少したというラマン散乱分光法の結果から、付加重合により高分子化が起こり、三次元構造体が形成されたことが確認された。</p> <p>熱分解後のサンプルの分析結果から、高分子鎖から官能基 (アクリレート・カルボニル) が 350℃付近で脱離を開始し、450℃付近で炭化することが確認された。これは、ラマン散乱分光法により炭素材料特有の D バンドと G バンドが観測されたことから、構造が炭化したと結論づけた。また、炭化と同時に微細構造の座屈が発生することを見つけた。これは、官能基脱離による材料損失が起きることで高分子鎖が三次元構造を維持できなくなったことに起因すると考えられる。</p> <p>以上より、最高温度 400~450℃、熱分解時間 5 分、昇温速度 15℃/分で、発泡構造体を印刷後の形態を維持した状態で元の構造の大きさの 60%未満まで低密度・微細化できると結論付けた。本研究により、二光子重合によるナノ加工の可能性が広がり、発泡構造体の低密度化の限界がさらに緩和された。</p>