

# My Thesis (私の学位論文)

ヘルスバイオサイエンス研究部生体材料工学分野教授 浜田賢一

浜田賢一

## 「炭素繊維強化炭素複合材料の力学特性の微細構造に関する研究」

東京大学博士論文 (博士 (工学) 平成7年3月29日授与) [本文へのリンク](#)

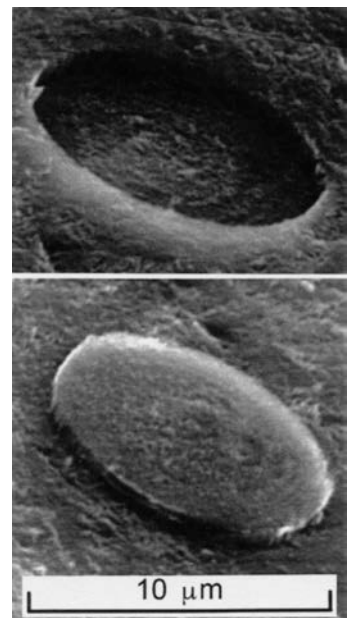
東京大学工学部金属材料学科 (現 マテリアル工学科) 4年進級時に研究室を選択する際、昔から興味があった航空宇宙に関連する材料を研究している材料強度学研究室を選択した。この研究室のもう一つの主な研究対象はエネルギー材料 (エネルギーを産出する機器を構成する材料) であり、両者は極限環境下で使用される点が共通している。例えば、代表的な航空宇宙用材料である高速飛翔体の機体構造用材料やエンジン構成部材用材料は、高温や衝撃に耐え、軽量で高い強度・剛性・靱性が要求される。当然、化学的に安定で劣化しにくいことも必要である。また、エネルギー材料としては、火力発電で用いるタービンのように、ジェットエンジン構成部材と同様の所要性能が要求されるものがあり、さらに過酷な環境としては原子炉 (核分裂炉, 核融合炉) 用材料のように高エネルギー放射線に曝される材料がある。このような極限環境下で使用可能な材料の性質は、従来材料から大幅に向上させる必要があり、その有力な手法の1つとして材料の複合化が挙げられる。複合材料は、性質の異なる複数の材料を組み合わせることで各材料の欠点を補い合い、利点を伸ばすことで高性能材料を得るものである。複合材料は広く自然界にも存在し、例えば我々の骨は、無機材料であるリン酸カルシウム (水酸アパタイト) と有機材料であるコラーゲン繊維を組み合わせることで、水酸アパタイトの脆いという欠点と、コラーゲン繊維の弱いという欠点を補いつけている。通常の航空機の機体構造用材料としてはFRP (繊維強化プラスチック) が用いられており、機体の軽量化とそれにとまなう燃費向上に効果を挙げている。しかし、FRPはプラスチックの耐熱性に限界があることから高速飛翔体の機体構造用材料やエンジン用材料としては使用できない。代わりに候補となる材料の1つがC/C複合材料 (炭素繊維強化炭素複合材料) である。C/C複合材料は、炭素繊維で強化したプラスチックを焼成し、プラスチックを炭化させて作製するもので、炭素 (結晶構造は黒鉛) のみで構成されることから非酸素環境では極めて優れた耐熱性を示す。また、軽量である点も航空宇宙用材料として有利である。当時のロケットエンジンのノズルがC/C複合材料で作製されており、他の様々な用途を想定した材料開発が進められていた。また、原子炉用材料としては、高エネルギー放射線に長期間曝されても、材料が放射化 (核変換により放射性同位元素が生じ、材料が放射能を示す現象) しにくいことも利点である。

以上のようにC/C複合材料は、航空宇宙用材料、エネルギー材料の両方を研究対象とする研究室には魅力的な材料であり、修士1年の途中から本格的に実験を開始した。製造に大規模施設を必要とすることから、共同研究を行っていた企業が材料を作製し、研究室で評価を行うという流れで研究がスタートした。C/C複合材料の特性は、用いる繊維の製造条件や繊維を混合する比率、最終的な焼成温度などに影響されることから、様々な製造条件で試作した試料の特性を測定し、次の試作にフィードバックするという作業を繰り返した。必然的に、試料が到着すると評価に忙殺され、評価が終わり、次の試料を待っている間は評価対象がない、という状態になるため、非常にメリハリのある研究生活を送っていた印象がある。自由な時間のある時期は、研究室で行われている他の実験や研究に首を突っ込んでいたが、その際に身に付けた知識や技術が現在の研究で役に立つ局面もあり、一見無駄で遠回りに見えても、幅広く学び、吸収しておくことは重要であるように思う。実験でもっとも印象深いのは、茨城県にある日本原子力研究所大洗研究所 (現 日本原子力研究開発機構大洗研究開発センター) 内にある東北大学金属材料研究所附属材料試験炉利用施設 (現 附属量子エネルギー材料科学国際研究センター) で年に1度行っていた出張実験である。研究所敷地内

にある材料試験炉 JMTR で中性子線を照射した C/C 複合材料試料の特性を測定するため、月一金曜日、9時-17時の間、放射線管理区域内でオレンジ色の防護服を着て実験をしていたのは貴重な経験である。夜は近くの宿舎に泊まったが、周りには何もなく、毎夜宴会をしていた。その際に指導教官や他大学の先生方から伺った色々なお話は、その後の進路に大きく影響したように思う。

学位論文をまとめる際には、学術雑誌等に掲載された研究結果と並行して進めていた研究結果とを統合して冊子体にする習わしがあり、その際に関連分野をも広く紹介する概論を書くのが暗黙のルールであったため、学位論文作成に費やした時間の半分は概論に充てたように記憶している。実験結果や考察は学会発表などで普段から書き溜めてあるが、広範な概論を作成するには新たに膨大な勉強量を必要とした。しかし、その際に学んだ事項は研究の基礎として永く活用できる知識となり、その研究を継続している間だけではなく、違う研究分野に移ってから、しばしば助けとなる経験をした。現在の研究対象である生体材料は C/C 複合材料とは何の類似点もないように見えるが、化学的に安定で、十分な強度・剛性・靱性を必要とする点などは耐環境材料と根本的には同じであり、初期の生体材料が耐環境金属材料から転用されていた点もそれを裏付けている。また、幅広い分野で用いられる複合材料を学んだことも、その後様々な研究テーマを創出し、遂行する際に役立っており、研究をスタートさせた直後から分野をあまりに特化することなく、汎用性のある知識や技術を修得することを目指すべきだと信じている。

さて、学位論文中には独自性の高い成果が2つある。1つは、繊維強化型複合材料で重要な、繊維-マトリックス（母材）間の界面接合特性の測定である。直径100  $\mu\text{m}$ クラスの太い繊維を用いた材料では、繊維の引抜き試験や押し出し試験による界面接合強度測定の例はいくつもあったが、直径10  $\mu\text{m}$ クラスでの報告例は当時見当たらず、製品が出始めたばかりのナノインデント（超微小動的押し込み試験機）を用いた押し出し試験法の確立に挑戦した。繊維の押し出し試験には繊維を押し出せる程薄く研削した試料片が必要だが、薄く研削したC/C複合材料は容易に崩壊することから、レジン中に包埋してレジンごと研削するなど、様々な工夫を重ねた結果、右上の写真のように炭素繊維を押し出すことに成功した。試験機が出力するグラフを見て繊維が押し出せたと推定してから、それを走査型電子顕微鏡（SEM）で確認するまでの高揚感は今でも忘れられない。もう1つの成果は、繊維-マトリックス界面近傍の微細構造の透過型顕微鏡（TEM）による観察である。当時、繊維を径方向に薄膜化して界面を観察した例は見当たらなかったが、繊維の軸方向と併せた微細構造観察を行うために、試料の薄膜化に挑戦した。しかし、C/C複合材料の径方向の薄膜化は極めて困難で、



くさび状に研削した試料先端に長時間のイオンミリング（加速したアルゴンイオンを照射して試料表面を剥ぎ取る手法）を行い、右下の写真のように何とか観察可能な視野を得た際の喜びは一人<sup>ひとしお</sup>であった。この試料はコントラストが低いためTEM観察は困難で、大学の超高压電子顕微鏡室の名人にお願いして、それでも大変な時間を要して得た結果である。学位論文完成までに得た多大なサポートに改めて謝意を抱くとともに、今度は自らがサポートする立場として、次世代の研究者の成長を見守ろうと思う。

