

研究 成 果

<p>サブテーマ名：1-4 化学変化に伴うナノ材料のその場観察 (ナノ粒子およびその塗布体の温度変化のその場観察)</p>
<p>サブテマリーダー(所属、役職、氏名) 研究統括 中前 勝彦(神戸大学名誉教授)</p> <p>研究従事者(所属、役職、氏名) 東京大学 准教授 米澤 徹</p>
<p>研究の概要、新規性及び目標</p> <p>①研究の概要 ナノ粒子およびその塗布体の化学変化、温度変化のその場観察を行った。ナノ物質は、バルクとも原子とも異なる挙動を示すと考えられるが、その大きな特徴の一つに、化学反応、物理挙動の低温化が上げられる。本研究では、ナノ材料の変化についてのその場観察を通じ、加熱・融解・融合・凝集などの挙動を実際にみることを目的としている。</p> <p>②研究の独自性・新規性 ナノ粒子の製造法の開拓、応用の検討はさまざまに行われている。そのなかで電極材料・接合材料としての応用を考えると、ナノ粒子の焼結がきわめて重要であって、高温挙動をよく理解する必要がある。本研究では、そういった材料の観点から、ナノ粒子の高温挙動に注目し、電子顕微鏡内で解析を行ったところに独自性がある。</p> <p>③研究の目標(フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に) 異方性ナノ粒子の高温挙動について電子顕微鏡用加熱ホルダーを用いて検証する。金ナノロッド、銀ナノロッドの観察から、高温挙動観察の指針を得る。その後、ナノ粒子の高温挙動、焼結挙動の検証を行い、ナノ粒子の材料化について必要な高温挙動の情報を得る。さらに、高温挙動観察のための問題点を洗い出すとともに、新しいシステムの構築の足がかりを得る。</p>
<p>研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して) 当初の研究目的に対して、研究自体の達成度は高いと自負する。 まず、ナノ粒子の加熱その場観察系の構築に 2 種類の方法で成功した。一つは、カーボン膜を加熱体に塗布する方法であり、もう一つは、コントラストの低い粒子と共存させるシステムである。 初期に観察しやすい異方性粒子の加熱挙動について検証をした。このとき、カーボン膜を加熱体に塗布したものをを用いた。最初は、金ナノロッド・銀ナノロッドなどの観察を通じ、ナノロッドの異方性が加熱とともに減少していく様子を観察することに成功した。また、高温でのナノ粒子の結晶構造の詳細についての観察にも成功し、格子縞を高温で観察できた。 また、同様にカーボン膜を加熱体に塗布したものをを用いて、銀ナノ粒子の融解挙動、焼結挙動について、バンドー化学製サンプルをもって評価した。融点よりも十分に低温で銀ナノ粒子の融解が生じ、大きな結晶体への成長が直接観察された。また、他社製銀ナノ粒子サンプル、銅サンプル、ニッケルサンプルについても高温挙動の観察に成功している。本研究成果は学会発表し、論文を現在投稿中で、改訂論文を再投稿して採択結果を待っている段階である。 さらに、ナノ粒子表面の有機物の効果を減少させるために、表面が清浄なナノ粒子を加熱体上に生成させ、そのナノ粒子の加熱挙動、酸化還元挙動について観察した。このとき、ナノ粒子そのままの挙動が観察できることから、他の金属に展開できる手法となると期待される。銀ナノ粒子の加熱観察による融点降下の観察の結果については、学会発表を行っており、現在論文を投稿準備中である。また、空気を導入できる加熱サンプルホルダーを利用することにより、今後、電極材料として強く期待される銅ナノ粒子の酸化還元挙動の観察に成功しており、現在、論文を投稿中である。 不足点は、現時点で報文を投稿している段階で、まだ印刷に至っていない。ナノ粒子の高温評価は困難があったため、中々データが蓄積できなかったが、論文執筆が遅れてしまったことは反省点である。また、加熱ホルダーの改良に着手することが非常に困難であった。一つは経費の問題である。TEM のサンプルホルダーの作製費用は数百万円にもものぼるため、本研究では推し進めることができなかった。しかし、問題認識は他の研究者ならびに電顕メーカーとも共有しており、今後、何らかの手法で問題解決にのぞんで行く。 一方で、加熱観察の欠点についても相当知ることができ、新しい電子顕微鏡システムの開拓を現在検討しているところである。</p>

主な成果

具体的な成果内容：

特許件数：0

論文数：2（現在執筆・投稿中2）

口頭発表件数：8

研究成果に関する評価

1 国内外における水準との対比

ナノ粒子の高温観察は、ここ2年ほどでいくつかの論文報告が出てきている。我々は、現在、ナノ粒子を導入し高温観察するという点だけとりあげるとその水準より少々時間的に遅れていることは否定できない。

本研究では、酸素がない条件（真空中）でナノ粒子を加熱した場合に、表面に存在する有機物がカーボンに変化し、粒子表面をコートしてしまうことが見出され、また、ナノ粒子の高温状態での結晶構造を明らかに観察することができている。

現時点で、論文投稿（投稿準備中の分も含め）している点で以下の新規性・優位性がある。

一つは、有機分子を表面にもたないナノ粒子の高温挙動の観察に成功している点である。ナノ粒子を電子顕微鏡外で作ってサンプルとして導入する場合、表面へのコンタミ、酸化の問題がある。また、一般には有機物でコートした粒子を作製する。そこで本研究では、電子顕微鏡内でのナノ粒子合成とマッチングして、清浄表面をもつナノ粒子の加熱状態での観察に成功し、金属ナノ粒子そのものの挙動をつぶさに観察することができた。

さらに、現在では酸化還元挙動について詳細な観察ができるようになってきた。

2 実用化に向けた波及効果

ナノ粒子の応用・実用化において、焼結挙動の観察が重要であることは繰り返し述べてきた。シングルナノレベルの粒子の融点低下、焼結挙動の微視的な観察も重要であるが、実際に使われる材料レベル（数十nmからサブミクロン）の大きさの粒子についての焼結挙動の観察も重要である。双方の実験を行っていく際、TEMによる評価のみならず、SEMなど他の顕微鏡による評価も重要であろう。

現在、こうした観点から、新しい顕微鏡システムの開拓に奔走している。参画していただけそうな企業も沢山有るので、今後JST先端計測などのプログラムに応募して、研究を推進していきたいと考えている。

こうした加熱挙動の観察は、金属ナノ粒子の応用のみならず、セラミックスとの共焼結による材料化など幅広い波及効果が得られるものと期待する。

残された課題と対応方針について

ナノ材料の加熱挙動、酸化還元挙動の観察について、詳細な温度とガス条件での観察を行い、ナノ化による化学反応の違いについて検証することが学問的には極めて重要であろう。さらには、実材料の検証を行う必要があると理解しており、配線材料、電極材料となる銅粒子、ニッケル粒子などの高温挙動の詳細について詳しく検討する必要がある。

	J S T負担分 (千円)							地域負担分 (千円)							合 計
	15年度	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	小計	15年度	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	小計	
人件費		0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0	0	0
設備費		0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0	0	0
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)		2,000	1,000	1,000	1,000	500	5,500		0	0	0	0	0	0	5,500
旅費		0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0	0	0
その他		0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	0	0	0
小 計		2,000	1,000	1,000	1,000	500	5,500		0	0	0	0	0	0	5,500

代表的な設備名と仕様 [既存（事業開始前）の設備含む]

J S T負担による設備：

地域負担による設備：