

[中テーマ名：2-3：微粒子材料構造化技術の開発]

中テーマリーダー(所属、役職、氏名)

同志社大学、教授、森 康維

研究従事者(所属、役職、氏名)

コア研究室 森 康維、下坂厚子、同志社大学 藤井 透

研究の概要、新規性及び目標

①研究の概要

機能性微粒子の構造化および複合化により、材料の機能の多様化、高精度化を目指す。材料の組織構造は機能性材料のエネルギー変換特性に鋭敏に影響するため、新規な機能性材料の創製には、まず希望の機能を有する粒子や材料の微構造を知り、材料生産システムで、その微構造を正確に形成しなければならない。そこで希望の特性を発現する材料微構造の設計法、ならびにその微構造を正確に形成させる生産システムの精密設計法の確立を目指した。

高分子複合材料には、繊維状物質を強化剤として混入した構造材と、フィラーと称し、微粒子を混入した機能材がある。本研究課題では、機能性として難燃化を取り上げ、サブミクロン粒子を用いた高分子複合材料の新しい製造技術を開発すると共に、フィラーの分散状態を評価する手法を確立することを目的とした。一方、繊維状物質を強化剤として混入した構造材に関する研究テーマとして、繊維状物質として竹繊維、あるいはその構成物である超微細マイクロ・ファイブ・セルローズ(MFC)を用いことを考え、そのまま、または生分解性樹脂、熱可塑性あるいは熱硬化樹脂と複合し、射出成形できる低環境負荷の複合材料ペレットを開発し、高強度・高剛性・低熱膨張の半導体検査用プローブ・ディスクを開発する。

②研究の独自性・新規性

特に微粒子を扱う新たなシミュレーション方法の開発により、粉体现象の理解と工学解析を推し進め、材料構造の最適設計と粉体プロセスの高度な制御を行う。

本研究内で特に優れた独自性・新規性項目として、次のものが挙げられる。ナノコンポジットの作製方法においては、ヘテロ凝集法を提案し、無機ナノ粒子と高分子ラテックス粒子との均一な混合物の調製に成功した。微粒子分散状態の評価技術として、試料をアルゴンガスで切断・研磨し、走査型電子顕微鏡で観察する手法を確立した。超微細MFCを竹繊維から取り出す方法を開発し、十分生産性が高いことが判明した。さらに射出成形できる低環境負荷の複合材料ペレットの完成、半導体検査用プローブ・ディスクへの応用開発が挙げられる。

③研究の目標(フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に)

フェーズⅠ:

微構造の設計法として微構造モデルに基づく磁性セラミックスの磁気ヒステリシス曲線の予測法を提案する。プロセス精密制御のために次の3つのシミュレーション法を開発を行う。1)粒子分散特性の評価法およびスラリー乾燥過程シミュレーション、2)粒充填プロセスの最適設計法の確立、3)相焼結シミュレーション法の提案

微粒子集積化技術を利用したナノコンポジットの作製方法の開発。微粒子分散状態の評価技術の開発。超微細 MFC の作製方法の開発

フェーズⅡ:

複合セラミック材料の微構造設計法の確立と設計シミュレーションソフトの開発および生産システムの精密設計法の確立と各プロセスの設計シミュレーションソフトの開発を行う。

ABS樹脂と無機ナノ粒子によるナノコンポジットの難燃化。射出成形できる低環境負荷の複合材料ペレットの開発。低環境負荷複合材料の応用開発

研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して)

フェーズⅠで提案および検討中の複合セラミック材料の微構造設計法および生産プロセス設計シミュレーション法の精度の向上を以下のように達成

- ・セル集積スピンモデルによる磁性セラミックスの磁化挙動シミュレータの構築
- ・固容・析出モデルの導入に向け、Q-Potts 液相焼結シミュレーションを多成分系へ拡張
- ・DEM-DES 連成モデルによる媒体攪拌ミル内ビーズ挙動シミュレータの構築
- ・スラリー乾燥挙動シミュレーションによる顆粒・シート形成機構の解明

微粒子集積化技術を利用したナノコンポジットの作製方法の開発に関しては、ヘテロ凝集法が有用なことを

示し、微粒子分散状態の評価技術を開発することができた。この技術を応用して、ABS樹脂と無機ナノ粒子によるナノコンポジットの難燃化を目指し、無機ナノ粒子の含有量低減に成功した。目標をほぼ達成したと言える。低環境負荷複合材料の開発と応用では、超微細MFCの作製方法の完成、射出成形できる低環境負荷の複合材料ペレットの作成に成功し、さらにスピーカーコーン、携帯電話レンズ枠、半導体検査用プローブ・ディスクの試作を完成し、目標を完全に達成したと言える。

主な成果

具体的な成果内容：

- ・誘電・圧電・磁性セラミックスの微構造設計法を構築し目的の特性を発現する微構造の推定が可能となった。また、その微構造を形成させるためのセラミックス生産プロセスに対して次の新規なシミュレーション手法を完成させた。Direct Numerical Simulation +Discrete Element Method(DEM) 連成とDLVO理論の導入によるスラリーの分散・凝集構造の再現およびスラリー粘度の推算、Constrained Interpolation Profile法とDEMを連成させた3相系にさらに乾燥現象を組み込んだスラリー乾燥挙動シミュレーション、乱流現象を扱うLarge Eddy SimulationとDEMの連成によるビーズミル媒体挙動シミュレーション、DEMによる微小空間への微粒子充填シミュレーション、DEMとFEMを連携させた圧縮成形シミュレーション、Q-Pottsモデルによる動的液相焼結シミュレーション、これらの情報の連携により各プロセスのより精密な制御が可能となった。
- ・無機ナノ粒子として、水酸化マグネシウムを取り上げ、粒子の形状、粒子径分布の難燃化に及ぼす影響を検討し、球形水酸化マグネシウム粒子を60%添加したと同様の難燃化効果が、45%の針状粒子の添加で達成できることを実験的に確かめた。一方、本研究で提案しているヘテロ凝集法によるナノコンポジット作製の有用性を示すために、アクリルアミドモノマー中にシリカナノ粒子を分散させた後、重合を行って作製したナノコンポジットと比較した。両者の難燃化特性には差がなく、ヘテロ凝集法でもナノ粒子が良く分散していることを示せた。また、ラポナイト粘土微粒子を添加すると、無機物質重量が45%になっても、難燃化試験で最も厳しいUL94V-0試験に合格する材料を作製することができた。これは両無機物質の相乗効果で緻密な燃焼残渣が形成されたためである。
- ・ナノ竹繊維(BMFC、超微細竹繊維)とPLAとの複合ペレットの製造法に対して、水分散性PLAを用いることによって、BMFCを90%含有するペレットを試作した。BMFC/PLA複合材料の特性評価、特に、強度、耐熱性について評価した。必ずしも成形品の強度が高くなかったが、2軸混練押出機を用いて、ドライPLAペレットを用いたBMFCの均一分散方法を、スクルーエレメントの工夫、組み合わせで克服した。このようにして作製されたBMFC/PLA複合材料の利用を検討し、スピーカーコーンや携帯電話レンズ枠、半導体検査用プローブ・ディスクの試作・商品性を評価した。

特許件数：3件

論文数：20件

口頭発表件数：50件

研究成果に関する評価

1 国内外における水準との対比

連続体モデルにおけるシミュレーションソフトは材料の設計に対しても有効な利用が行われているが、微粒子が関与するプロセスでは、粒子-粒子、粒子-流体間相互作用に加えて、さらに気-液界面と粒子間に働く毛管力による相互作用を考慮した気-液-固体粒子の3相混相シミュレーションが必要であるが、ハードな手法となるためこれまで世界的にも行われていない。本プロジェクトで開発した新しい手法はその精度、利用率を高めることで新規で優位な手法となる。

微粒子集積化技術を利用したナノコンポジットの作製方法の開発において、本研究課題で提案している手法に基づくABS樹脂と無機ナノ粒子によるナノコンポジットの難燃化試験では、国内外の報告例より低い含有量の無機ナノ粒子の添加でもUL94V-0試験に合格することができた。一方、低環境負荷複合材料の開発では、世界で初めてナノ竹繊維(BMFC、超微細竹繊維)とPLAとの複合ペレットの製造に成功し、射出成形できる低環境負荷の複合材料ペレットを開発することができた。この複合材料の幅広い用途開発も国内外で十分評価できる。

2 実用化に向けた波及効果

多くの産業における新材料開発においては材料の機能におよぼす材料構造の密接な関与により、目的の機能を得るための材料構造の制御が共通した重要課題となっているため、本プロジェクトで開発したシミュレーション手法が汎用ソフト化されれば電子部品のみならず微粒子を扱う他の材料分野、精密機器、化粧品、薬剤などにも有用になり、プロセスの改善、材料の高機能化が促進される。

難燃化を目指したABS樹脂と無機ナノ粒子によるナノコンポジットは、機械的強度が不足しているが、その点を考慮した用途開発を行えば、世の中への波及は大きいと思われる。一方、低環境負荷複合材料の用途開発が進んでおり、スピーカーコーンはすでに市場に出ている。

残された課題と対応方針について

構築した各シミュレータのソフト化と微構造設計と各シミュレータを実際のセラミック生産プロセスに対して適用し、高機能材料を創成することが今後の課題である。これに対しては平成20～24年度知的クラスター創成事業(第Ⅱ期)「京都環境ナノクラスター」で実際の生産プロセスに適用して、実用化に向けた研究に発展させる。

難燃化を目指したABS樹脂と無機ナノ粒子によるナノコンポジットは、機械的強度が不足しており、今後の研究課題である。2軸混練押出機を利用した混合操作によって、実用に耐えるナノコンポジットの作製方法を検討する必要がある。低環境負荷複合材料の使用が始まっているが、コストを如何に低減するかが、材料の普及の鍵と言える。

	J S T 負担分 (百万円)							地域負担分 (百万円)							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															
設備費															
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)															
旅費															
その他															
小 計															

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 :

①自動接触角計 ②分子間力顕微鏡

地域負担による設備 :