

<p>サブテーマ名：Ⅱ－２ 紡糸・撚糸技術開発  小テーマ名：Ⅱ－２－８  超極細CNT糸作製のための機械的手法による基板パターニング及び長尺CNT合成に関する研究</p>
<p>サブテーマリーダー：  大阪府立産業技術総合研究所 化学環境部 総括研究員 赤井 智幸  研究従事者：(財)大阪科学技術センター 雇用研究員 神野 誠・末金 皇</p>
<p>研究の概要、新規性及び目標</p> <p>①研究の概要  高配向カーボンナノチューブ基板から、糸径制御の下、超極細 CNT 撚糸の作製を可能にする基板パターニング技術を確認する。また、フェーズⅠの研究成果（ミリメートルオーダーの長尺高配向ブラシ状 CNT 合成）を「配向 CNT 高速合成装置」に技術移転する。</p> <p>②研究の独自性・新規性  開発品 A を使って、マイクロマニピュレーターを用いてマイクロブレードを操作し、機械的に CNT 基板への微細パターニングを行う。また、短時間かつ 6 インチシリコン基板上への均一合成プロセスを確認するとともに、触媒の微粒化プロセス、原料ガスおよび反応補助ガスと触媒との反応に着目して、CNT の層数を制御する触媒調整条件を見つける。</p> <p>③研究の目標</p> <p>フェーズⅠ</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1 配向CNT高速合成装置（高速赤外加熱炉）によりCNTを作製する。</li> <li>2 ミリメートルオーダーの長尺高配向ブラシ状CNTを合成する。</li> </ol> <p>フェーズⅡ</p> <p>他テーマで取り組んできたフェーズⅠの成果をもとに、</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1 直径<math>1\mu\text{m}</math>、引張り強度<math>1\text{GPa}</math>程度のCNT糸作製が可能な機械的微細パターニング技術の確立</li> <li>2 (1) 赤外加熱炉プロセスによる長尺(ミリメートル程度)の高配向CNTの合成  (2) 赤外加熱炉プロセスによる単層、2層、多層の合成条件を見つける。</li> </ol>
<p>研究の進め方及び進捗状況</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1 直径<math>1\mu\text{m}</math>、引張り強度<math>1\text{GPa}</math>程度のCNT糸作製が可能な、機械的微細パターニング技術を確認した（府立産技研と連携して実施）。  フェーズⅠにおいて、府立産技研は、直径<math>1\mu\text{m}</math>程度の超極細CNT糸を作製するためには、CNT糸の引き出し幅を数十～数百<math>\mu\text{m}</math>のオーダーに制御する必要があり、その引き出し幅の制御方法として、極薄のナイフであるマイクロブレードにより、機械的にCNT基板へ微細パターニングを行う方法を考案している。そこで、駿河精機(株)製マイクロマニピュレーターを導入し、先端にマイクロブレードを装着したパターニング装置による引き出し幅の制御を検討した。  目標値である直径<math>1\mu\text{m}</math>程度の超極細CNT撚糸を作製するには、パターン間隔が<math>100\mu\text{m}</math>程度の微細処理が必要である（府立産技研）。そこで、パターニング間隔<math>100\mu\text{m}</math>、パターニング長<math>1,000\mu\text{m}</math>、パターニング深さ<math>100\mu\text{m}</math>、掃引速度<math>40\mu\text{m/s}</math>の条件で4列パターニングを行った。  パターンエッジ部分の乱れをできるだけ抑制するために、ブレードを掃引せずに刃先を水平に保って上から押圧することでパターニングするとともに、切削加工によりマイクロブレードの厚みを<math>75\mu\text{m}</math>に極薄化した特製マイクロブレードを調達した。その結果、エッジの乱れが改善された微細パターニング基板、及び微細パターニング間隔に応じた直径を有する均質な撚糸が作製でき、直径<math>1\mu\text{m}</math>以下、引張り強度<math>1\text{GPa}</math>以上のCNT撚糸の作製に成功した。</li> <li>2 (1) 10分間で、CNT高さ<math>2.0\text{mm}</math>以上の合成プロセスを確認した。  小型赤外線加熱炉を用いた合成プロセスにおいて、全ガス流量を<math>960\text{sccm}</math> (<math>\text{C}_2\text{H}_4 = 90\text{sccm}</math>, <math>\text{H}_2 = 240\text{sccm}</math>, <math>\text{He} = 630\text{sccm}</math>)まで増やして配向CNTを合成し、30分で約<math>330\mu\text{m}</math>成長した。  加えて、赤外線加熱炉は、Si基板上の輻射熱のみで反応ガスの分解となりCNTが成長しにくいことから、加熱炉に反応ガスが入る前にガスを予備加熱するため小型抵抗加熱炉を用いて合成を行った。全ガス流量<math>960\text{sccm}</math>、小型抵抗加熱炉、赤外線加熱炉温度を<math>850\text{ }^\circ\text{C}</math>、水分添加量<math>300\text{ppm}</math>の条件で合成を行い、10分で<math>2\text{mm}</math>以上の配向CNT合成が可能となった。ガス予備加熱効果は、短時間、高速で、ミリメートルオーダーの配向CNTの合成が可能となる重要な方法である知見が得られた。</li> </ol>

(2) イオンビームスputタ装置を用いて、熱酸化膜付Si基板上(サイズ: 14×17 mm)に鉄触媒の膜厚を、0.5, 1.0, 1.5, 2.0 nmに制御して作製し、CNT合成を行った。  
 1の成果で得られたミリメートルCNT合成プロセス条件を用いて、鉄触媒膜厚を0.5、1.0、1.5、2.0 nmと変化させた基板を用いて実験を行った。鉄触媒膜厚依存性が現われ、1.0 nmが一番成長することが確認された。TEM観察を行った結果、鉄触媒膜厚0.5 nmでは、DWNT、2.0nmでは、3層以上のMWNTが見つかった。

主な成果  
 具体的な成果内容：  
 1 マイクロマニピュレーターシステムUG0418-U01を用いた基板微細パターンニングにより、均質な超極細撚糸の作製が可能となり、直径1μm、引張り強度1GPa程度のCNT糸作製が可能な機械的微細パターンニング技術を、府立産技研と連携して確立した。  
 2 (1)抵抗加熱炉を装備した赤外線加熱炉で、10分で高さ2 mm以上のCNTを高速に合成できるプロセス条件を確立した。  
 (2)鉄触媒膜厚1.0 nmを中心に鉄触媒膜厚依存性が確認された。鉄触媒の膜厚を変えることで、CNTの層数制御が出来る可能性があることがわかった。  
 特許件数： 1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  
 反応室の加熱方法として電熱炉を使って10分で高さ2 mm以上のCNTを高速に合成する例はあるが、本研究は赤外線加熱炉でガス予備加熱を行っている点で独自性がある。  
 2 実用化に向けた波及効果  
 現在は、14×17 mmのSi基板を使用しているが、今後は事業化を視野に入れた連続大量合成が可能なシステムの研究開発を行う必要がある。

残された課題と対応方針について  
 CNT成長の時間依存性実験を行った結果、約20分で成長が止まってしまうことが確認されている。1 cm以上のCNTを成長させる合成炉、プロセス条件の実験を行っていく必要がある。

	J S T負担分 (千円)							地域負担分 (千円)							合 計
	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	21年度	小計	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	21年度	小計	
人件費	0	0	0	3,133	0	0	3,133	0	0	0	0	0	0	0	3,133
設備費	0	0	0	4,988	0	0	4,988	0	0	0	0	0	0	0	4,988
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)	0	0	0	6,575	0	0	6,575	0	0	0	0	0	0	0	6,575
旅費	0	0	0	88	0	0	88	0	0	0	0	0	0	0	88
その他	0	0	0	291	0	0	291	0	0	0	0	0	0	0	291
小計	0	0	0	15,075	0	0	15,075	0	0	0	0	0	0	0	15,075

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：

※複数の研究課題に共通した経費については按分してください。