

サブテーマ名： I - 1 制御された合成プロセスと大量合成装置開発 小テーマ名： I - 1 - 2 カーボンナノコイル大量合成用触媒の開発
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 主任研究員 久米 秀樹 研究従事者： 大阪府立産業技術総合研究所 化学環境部 主任研究員 久米 秀樹・渡辺(西川) 義人、研究員 長谷川 泰則
研究の概要、新規性及び目標 ①研究の概要 形状制御されたCNCを大量合成するための触媒を開発する。コイル径、線径等のCNC形状とCNC先端触媒粒子との関係を透過電子顕微鏡 (TEM) 観察により解析して、CNC形状を制御するための触媒構造を明らかにする。さらに、CNC大量合成プロセスで用いる触媒担持粒子の作製法として、メカノケミカル処理法を適用し、CNC合成量の増加を図る。
②研究の独自性・新規性 Fe-In-Sn系触媒を用いてCNCを高効率に合成する方法は本事業の独自の技術シーズであるが、そのCNC成長機構は十分に解明されていなかった。そこで本研究では、TEM観察によりCNC先端触媒粒子の形状、構造、微小領域組成等を詳細に調べてCNC形状を制御するための触媒構造を明らかにした。この研究成果により、形状制御されたCNCを大量合成するための触媒設計指針を確立した。 一方、CNCを量産化するための製造方法として、CVD中の炭素源ガスと触媒とを長時間効率よく反応させることができる気相法プロセスが、本事業の別テーマによって新規に開発された。この気相法プロセスでは担持粒子上にFe-In-Sn系触媒微粒子を担持させた触媒担持粒子を用いる。そこで、触媒微粒子を担持粒子の上に担持させる方法として、量産化に適した乾式によるメカノケミカル処理法を独自に提案し、CNC高効率合成のための触媒担持粒子を開発した。
③研究の目標 フェーズ I： 1 CNC先端触媒粒子の形状とCNC形状との相関を統計的に明らかにする。 2 CNC先端触媒粒子におけるカーボンの成長起点と触媒構造を結晶学的に明らかにする。 3 CNC先端触媒粒子内のナノオーダーの微小領域での組成分析によりFe-In-Sn組成のゆらぎとカーボン成長状態との関係を明らかにする。 4 CNC成長機構を提案し形状制御されたCNCを大量合成するための触媒設計指針を求める。 フェーズ II： 1 触媒担持粒子を作製するためのメカノケミカル処理条件を確立する。 2 CNC形状を制御するための触媒担持粒子合成条件を検討して、50nm～800nmの範囲で3段階のコイル径形状制御を可能にする。 3 触媒担持粒子合成条件の最適化により、CVD時間1hあたり、仕込み触媒微粒子重量に対して、10倍重量のCNCを合成できる高効率触媒を開発する。
研究の進め方及び進捗状況 I -1 種々の条件で合成したCNC先端触媒粒子をTEM観察した結果、CNC形状は、触媒粒子径ならびに触媒粒子のファセットに依存することを統計的に見出した。 I -2 CNC先端触媒粒子の構造解析を行い、触媒粒子表面の結晶面ごとにカーボンの成長状態が異なることを明らかにした。 I -3 CNC先端触媒粒子表面は、SnまたはInがリッチな厚さ数nmの非晶質層に覆われている。 I -4 CNC先端触媒粒子の構造解析の結果、触媒粒子はFe ₃ Sn(In)Cであった。I 1～3の結果とあわせて、CNCが高効率に成長する触媒構造を明らかにした。 II -1 担持粒子と触媒微粒子が強固に反応するための担持粒子と触媒微粒子の体積比や機械的混合条件等のメカノケミカル処理条件を確立し、均質な触媒担持粒子の作製が可能になった。 II -2 担持粒子上の触媒微粒子層の厚さを変えることにより、500～800nm、200～500nm、200nm以下の3段階でコイル径を制御することができた。 II -3 触媒担持粒子上の触媒微粒子層の厚さやCVD条件の最適化により、触媒微粒子1g、CVD時間1hあたり12g以上のCNCを安定的に合成できる高活性触媒担持粒子を開発した。

<p>主な成果</p> <p>具体的な成果内容：</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ CNCとその先端触媒のTEM観察によって、CNCが高効率に成長するための触媒構造を明らかにした。この成果によりCNCを大量合成するための触媒開発指針を明らかにした。 ・ 気相法プロセスで用いる触媒担持粒子の作製法としてメカノケミカル法を検討し、その処理条件を明らかにした。この成果によってCNC大量合成用触媒担持粒子の量産化が可能であることを示した。 ・ CNC形状制御とCNC合成量の増加を可能し、量産化可能な高活性触媒担持粒子を開発した。 															
<p>研究成果に関する評価</p> <p>1 国内外における水準との対比</p> <p>形状制御されたCNCを量産化する技術は国内外を問わず他になく、一定の研究成果が得られたものと判断している。ITO薄膜触媒により初めて発見されたCNCを高効率に合成する方法を、触媒担持粒子を用いてCNCを大量合成できるプロセスに発展させた成果は高い評価を得られるものと考えている。</p> <p>2 実用化に向けた波及効果</p> <p>府内中小企業と連携して、本研究で得られたメカノケミカル処理を用いた触媒担持粒子製造技術の研究成果の活用及び普及活動を行っているところである。その結果、CNCの大量合成に必要な量の触媒担持粒子の製造体制を構築しつつある。</p>															
<p>残された課題と対応方針について</p> <p>形状制御されたCNCを大量合成できる触媒担持粒子の開発を達成したが、実用化に結びつけるためのさらなる製造コストの低減等の課題が残っている。製造コストは、CNCの需要量にも依存するので、フェーズⅢにおいて、CNCの用途拡大にも一層注力して、課題を解決していく方針である。</p>															
	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	0	0	0	0	1,008	4,032	4,032	5,539	10,368	8,803	33,782	33,782
設備費	0	0	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)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
旅費	0	0	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	0	0
小計	0	0	0	0	0	0	0	1,008	4,032	4,032	5,539	10,368	8,803	33,782	33,782
<p>代表的な設備名と仕様 [既存 (事業開始前) の設備含む]</p> <p>J S T負担による設備：</p> <p>地域負担による設備：</p>															

※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。