

<p>サブテーマ名：Ⅱ－1 高配向カーボンナノチューブのサンプル製造 小テーマ名：Ⅱ－1－2 作り分け技術を活用した配向CNT等の試作・製造</p>
<p>サブテマリーダー：大陽日酸(株)ガスアブ戦略統括PJ新規分野企画 サブマネージャー 坂井 徹 研究従事者： 大陽日酸(株) 研究員 坂井 徹、長坂 岳志、赤坂 京子 大阪府立産業技術総合研究所 主任研究員 渡辺(西川) 義人、久米 秀樹 (財)大阪科学技術センター 技術員 山村 昌大</p>
<p>研究の概要、新規性及び目標</p> <p>①研究の概要 用途に応じた配向CNTを供給するため、合成された配向CNTの形状を確認と狙った形状を合成する形状制御技術の確立を目指した。これまでの研究成果によるガスプロセス、乾式・湿式触媒の作製技術ならびにCNT成長メカニズムの知見を基に配向CNT長さ、CNT密度、CNT直径、CNT層数などの制御項目についての条件検討と試作により、(1)～(3)に定めた用途に応じた作り分けの技術の確立を目指した。(1)電極用高密度配向CNTの試作・製造、(2)複合材用配向CNTの試作・製造、(3)紡糸・燃糸安定性の高い配向CNTの試作・製造</p> <p>②研究の独自性・新規性 CNTの配向構造を維持したまま利用する電極用途において、CNT長さ、CNT密度が電極性能に大きな影響を与える。また電極加工の精度を高める上で、面内の長さ分布のばらつきを小さくすることが強く要望され、重要な要素技術となり他の合成方法では達成できない独自性がある 樹脂や金属への分散などを指す用途においては、揃ったCNT直径・層数、揃ったCNT長さは気相合成法により製造されるCNTでは得られない新規性がある。</p> <p>③研究の目標 (H19、20年度)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1 電極用高密度配向CNTの試作・製造：電極用途に向けて、高い嵩密度（50mg/cm³以上）の配向CNTを基板面内9点の長さ分布がCNT平均長さに対して±10%以内を目標として試作・製造を行う。 2 複合材用配向CNTの試作・製造：「CNTが剥がれやすいもの：CNTに触媒が残りにくいもの」や「CNTのバンドルが少なく分散しやすいもの」の配向CNT試作・製造を行う。 3 紡糸・燃糸安定性の高い配向CNTの試作・製造：安定して糸が引き出せる構造の配向CNTの試作・製造を行う。 4 上記3種類の試作条件検討を行い各スペックの配向CNTの作り分けができていていること。
<p>研究の進め方及び進捗状況 (H19年度) 数種類の嵩密度の作り分けを狙って進めたが、安定して製造可能な高嵩密度品と低嵩密度品の2種類とした。加えて、用途に応じて長さ、CNT直径の作り分けが可能な製造プロセスの確立を目指した。6インチ基板に安定した触媒膜を成膜する方法として溶液を塗布する湿式法を選択し、湿式法による配向CNTの作り分けについて検討した。湿式触媒を用いて面内のCNT長さ分布のばらつきを抑えるため極力均一に塗布可能な湿式溶液の検討を行った。ロープ作製可能な高配向CNT（開発品A：サンプルA）は配向CNTの嵩密度などの特性の調査、SEM観察による配向構造の観察、成膜法の違いによる作製可否などのアプローチを行い安定的に製造可能な条件を探った。</p> <p>(H20年度) 湿式触媒を用いて、高嵩密度、CNT径、CNT長さの作り分け可能な製造プロセスの確立を目指した。</p>
<p>主な成果 具体的な成果内容： (H19年度) 6インチ基板で開発品A（サンプルA）は高嵩密度、開発品B（サンプルB）は低嵩密度の2種類のサンプルの作り分けが可能となり、2種類の配向CNTサンプルの提供が可能となった。 電子ビーム蒸着により成膜した触媒基板（乾式触媒）の表面酸化処理を行うことで、急激な昇温時に触媒微粒子の肥大化を防ぐことができ、高速昇温（3分プロセス）において安定した合成が可能となった。 ロープ作製可能な高配向CNT(開発品A：サンプルA)の合成は、3種類の成膜法（いずれも乾式法）によるロープ作製の可否を確認できた。また、6インチ基板内の「嵩密度（mg/cc）」「CN</p>

T高さ (μm)」「単位面積重量 (mg/cm^2)」の分布を調査したところ、いずれも大きいほうがロープを作製し易い傾向にあることが判明した。加えて、SEM像の調査から、ロープ作製可能な配向CNTの構造を明確することができた。

湿式触媒作製の溶液はシリコン基板に対しぬれ性が良く、触媒金属の沈殿が生じない均一に塗布可能な溶液を開発することに成功した。本技術の特許出願を行った。

(H20年度)

- ・嵩密度の作り分け：基板種類を変更することで3段階程度の作り分けの実証ができた ($150\mu\text{m}$ 程度のCNT高さでの比較)。
- ・CNT直径の作り分け：湿式触媒を用いて溶媒の種類の変更、かつ溶液の条件変更により配向CNTの平均直径が6nm~14nmの範囲で5段階程度の制御が可能であることが判明した。
- 1 「電極用高密度配向CNTの基板面内9点の長さ分布がCNT平均長さに対して $\pm 10\%$ 以内」は、湿式触媒での製造条件の確立に至らなかった。
- 2 複合材用配向CNTの試作・製造：「CNTが剥がれやすいもの：CNTに触媒が残りにくいもの」は、剥がれやすいものを判定する評価方法について評価を実施・検討を行い指標を得た。
- 3 「紡糸・撚糸安定性の高い配向CNTの試作・製造：安定して糸が引き出せる構造の配向CNT」について製造条件の確立に目処が立った。

湿式触媒溶液に関して特許出願した。

特許件数：1件 論文数：3件 口頭発表件数：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

CNTの嵩密度や直径について作り分けることのできる技術は、本プロジェクト特有のものであり、応用用途に応じた高配向CNTを製造することができる点が他に見られない。

2 実用化に向けた波及効果

長さ、CNT直径、嵩密度を作り分けることにより将来有望な応用用途に対してのCNTの差別化が可能となり、気相合成法などで実現できない応用用途の実現が可能となる。

残された課題と対応方針について

1~4の作り分けの目標に対して、現状の合成技術をブラッシュアップすることで、より再現性高く、安定性の高い合成法を確立する。

	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	0	0	0	0	0	0	0	0	10,176	0	10,176	10,176
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	2,500	0	2,500	2,500
旅費	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1,800	0	1,800	1,800
その他	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	710	0	710	710
小計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	15,186	0	15,186	15,186

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。