

# ナノテクノロジーに関する調査研究

中原 恵\*・佐藤 壱\*・斉藤雅樹\*・谷口秀樹\*

\*材料科学部

## Investigation into Induction of Nano-Technology in Oita

Megumi NAKAHARA\*, Atsushi SATO\*, Masaki SAITO\*, Hideki TANIGUCHI\*

\*Materials Science & Technology Division

ナノテクノロジーは、物質機能や特性の大幅な向上や、新たな高機能材料、省資源・省エネルギー、大型機器のマイクロ化を実現し、社会や生産システムに変革をもたらす革新的な技術である。国の4重点分野の1つであるこれら技術の核をセンターが確保することは、県下中小企業の新事業創出の大きな支援となるため、講演会による県内企業の啓発と、本県資源を生かしたナノテクノロジーの可能性について調査研究を実施した。

### 1 緒言

平成14年度に実施した本県におけるナノテクノロジー取り組みの可能性の検討結果から、大手企業や国研、大学等が進めるナノカーボン研究に取り組むことより、その成果を生かした応用研究を進めることが賢明であり、さらに県内企業が優位性を発揮するためには県内資源を活用したナノテクノロジーへの取り組みが考えられる。

そこで、本年度は、身近なナノテクノロジーに関する講演会を開催して県内企業の啓発を行うとともに、地域資源として竹材と温泉資源を取り上げて、調査研究を行った。

### 2 研究方法

#### 2.1 講演会の開催

界面科学や微粒子複合化技術に造詣の深い東京理科大学名誉教授の小石眞純氏を講師にお呼びして、「製品開発のための身近なナノテクノロジーの応用と課題」と題して平成15年8月1日に講演会を開催した。

#### 2.2 調査研究

##### (1) 廃FRPや竹材からナノカーボンの作製研究

県産有用資源であるマダケ竹材からカーボンナノチューブ等の作製を試みるもので、Fig.1の装置による実験を行った。

炭化反応、賦活反応は管状型電気炉(内径50mm、全長300mm)に透明石英ガラス管(直径50mm、全長550mm)を挿入し両端をガス流通用の穴を開けたシリコンゴム栓で閉じ、管状型電気炉の中央部分に粒状竹試料を設置した。

均一な大きさに切断された竹粒(0.71mm underあるいは0.71-1.00mm)を用いて、100ml/min.窒素流通下750℃あるいは900℃(昇温速度5℃/min.)-60min.の炭化反応を行い、粒状竹炭を得た。得られた竹炭を100ml/min. CO<sub>2</sub>流通下750℃あるいは900℃(昇温速度5℃/min.)-60min.の賦活(活性化)反応を行い活性粒状竹炭を得た。得られた活性粒

状竹炭にNi(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>水溶液を含浸し105℃で乾燥し触媒担持活性粒状竹炭を得た。

これらの走査電子顕微鏡による表面観察および窒素吸着による比表面積測定を行った。

##### (2) 温泉成分の高機能化研究

本県は、温泉の源泉数で全国一を誇っており、温泉資源

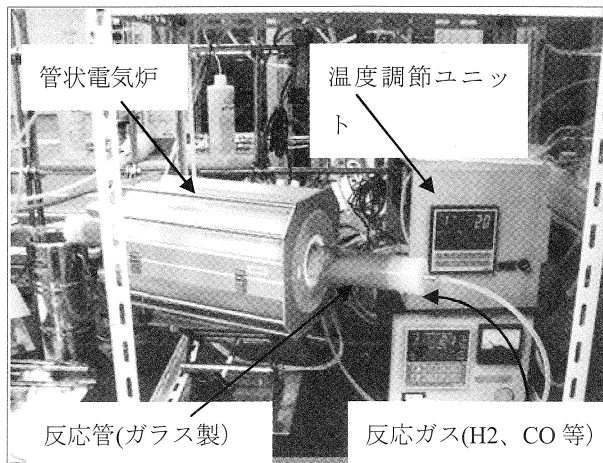


Fig.1 カーボン作製実験装置

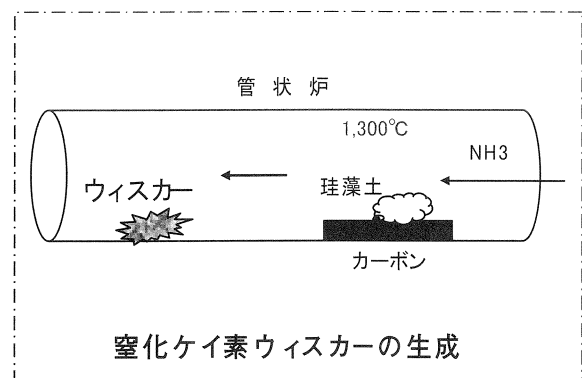


Fig.2 窒化ケイ素ウィスカ 生成模式図

は現在までに観光や湯治・入浴，調理の他，地熱発電等に活用されている．しかし，温泉配管等でスケールの付着や腐食が大きな問題になっている．そこで，このスケールに着目して，その成分や構造について調査を行い，ナノテクノロジーへの利用について検討を行った．

### (3) 炭素等複合材料の研究

カーボンナノチューブやフラーレンの合成技術が進んでいるが，その用途開発はまだ充分進んでいないのが現状である．そこで，県内企業で使用されている原料や部材とこれらのナノカーボンを複合化することによって，材質の改良や新たな機能付加に繋がるのではないかと考え，ナノテクノロジーに関心を持つ県内企業や大学の研究者，技術者を集めて，大分県ナノテクノロジー研究会を発足した．

また，既に開発されたカーボンナノチューブやフラーレンを用いた複合化について検討を行ったが，それら新材料の購入や入手においては技術情報や新材料の取り扱いにする制約，あるいは発明，成果発表等に関する多くの条件があり，今回はナノカーボンを使用した複合化調査研究を断念した．

一方，かつて大分大学を中心に一緒に研究に取り組んだ窒化ケイ素ウィスカーの合成技術について着目した．窒化ケイ素ウィスカーは強度や耐熱性に優れた材料であり，スペースシャトルの被覆材料に混入されている．この研究成果は珪藻土から長繊維の窒化ケイ素ウィスカーを合成することを特徴とした技術であった．

今回，温泉資源でありシリカ純度の高いアモルファスシリカを使った窒化ケイ素ウィスカーの合成を試み (Fig. 2)，今後の複合化に向けた調査を行った．

## 3 結果および考察

### 3.1 講演会

51名の外部参加者があった．また，講演会終了後にアンケート調査を行ったので，その集計結果を別紙に示すが，内容が身近な話題であったため，ナノテクノロジーに対する理解が進んだように見受けられる．

### 3.2 調査研究

#### (1) 廃FRPや竹材からナノカーボンの作製研究

得られた粒状竹炭 (炭化温度900℃) の走査電子顕微鏡 (SEM) 写真をFig. 3, 4に示す．また，活性粒状竹炭 (賦活温度900℃) のSEM写真をFig. 5, 6に示す．窒素雰囲気での炭化反応では，表面は滑らかな形状であるの対し，二酸化炭素雰囲気での賦活反応では10μm程度の球状構造が発達していることがわかる．これらの比表面積測定結果をTable 1に示す．賦活によって表面積が増加しており，SEM写真の球状構造に起因していると思われる．

現在，これらの調整した粒状竹炭あるいは活性粒状竹炭

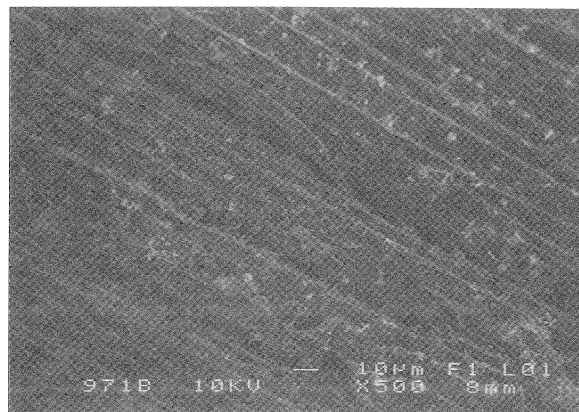


Fig.3 粉状竹炭 (900℃, 半径面, ×500)



Fig.4 粉状竹炭 (900℃, 半径面, ×5,000)

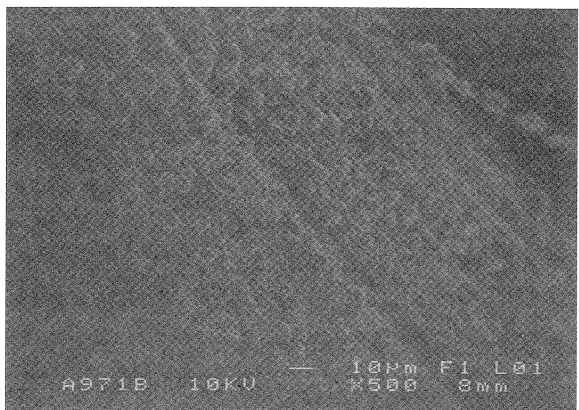


Fig.5 粉状竹活性炭 (賦活 900℃, 半径面, ×500)

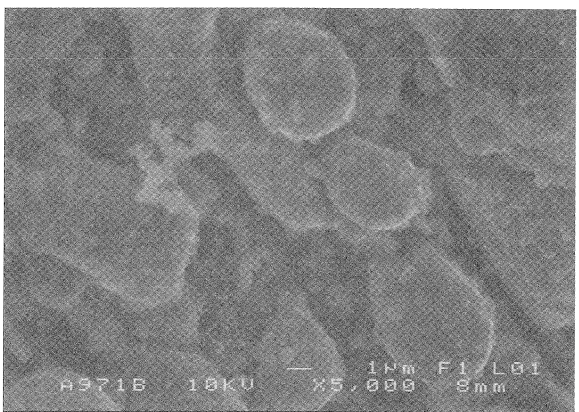


Fig.6 粉状竹活性炭 (賦活 900℃, 半径面, ×5,000)

を用いてCNFの合成を試みており、合成条件と生成物の評価を今後進めたい。活性粒状竹炭の特徴的な微細構造(細孔)に由来した新規なカーボンナノファイバー(CNF)の合成とこれらの利用法開発が今後の課題である。

### (2) 温泉成分の高機能化研究

温泉スケールについて調べてみると、メタ珪酸を多く含む泉質で弱アルカリから中性域の温泉では、非常に純度の高い白色のアモルファスシリカ (Fig. 7) が生成され、板状に積層している様子が確認された。その中には緻密で硬いものや軽くて脆いものがあり、温度や流速、pH、メタ珪酸含有量等によってその生成された組織形状に違いがあると考えられる。

そこで、このアモルファスシリカの構造を走査型電子顕微鏡で観察したところ、シリカが柱状成長したスポンジ状の網目立体構造であった (Fig. 8)。また、その細孔分布を調べてみると、Fig. 9に示すように、ナノオーダーにピークをもつ多孔質材料であることが判明し、緻密で硬いものや軽くて脆いものによる違いは認められなかった。

これは、いわゆる階層的多孔構造と呼ばれるナノからミクロンオーダーに至る孔を有していると考えられ、超高速高性能分離用HPLCカラムやこれを微小化したキャピラリーカラム等への利用のために、無機系材料の階層的多孔構造設計について研究、検討されていることから、この天然材料についてもさらに微小領域の組織構造観察を行う必要がある。

今後、これらの構造や生成・成長条件を解明することにより、アモルファスシリカの階層的多孔構造を利用した特定の吸着材料や担持材料、あるいは分子分画用材料としての用途開発の可能性が考えられる。

### (3) 炭素等複合材料の研究

大分県ナノテクノロジー研究会には、企業から8社8名、大学から3名が参加していただき、本年度は研究会を2回開催した。この中で、情報交換や最新ナノテク情報の共有を行いながら、今後の本県におけるナノテクノロジーに関する新たな研究を模索したが、じゅうぶん検討するに至らなかった。

- ・第1回 (平成15年7月31日)
  - 情報交換
  - 話題提供 (国際基盤材料研究所 佐々木正氏)
- ・第2回 (平成15年10月31日)
  - 本県地域資源のナノテク利用の可能性について
  - 今後の研究の取り組みについて

一方、アモルファスシリカを使った窒化ケイ素ウィスカーの合成実験では、最初に珪藻土による合成条件を検証し、それをもとにアモルファスシリカを使った合成実験を行った。その結果、アンモニアガスの流速や炉内温度等の実験条件がウィスカー形状に影響を与えたと考えられた。

また、同一実験条件下における珪藻土とアモルファスシ

Table 1 粒状竹炭の比表面積

試料名	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)
粒状竹炭(炭化温度 750°C)、0.71under	0.9
粒状竹炭(炭化温度 900°C) 0.71under	0.3
活性粒状竹炭(賦活温度 750°C) 0.71under	107.7
活性粒状竹炭(賦活温度 900°C) 0.71under	392.7



Fig.7 温泉由来のアモルファスシリカ

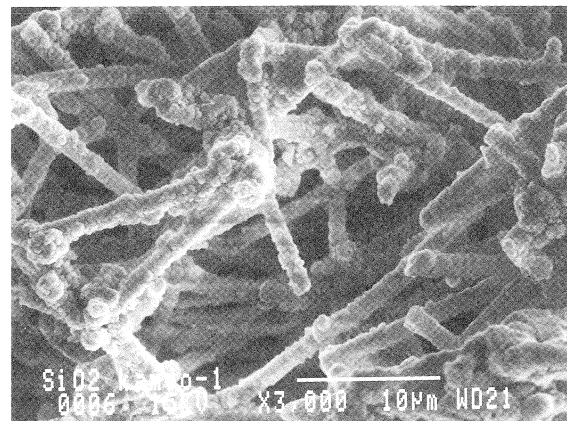
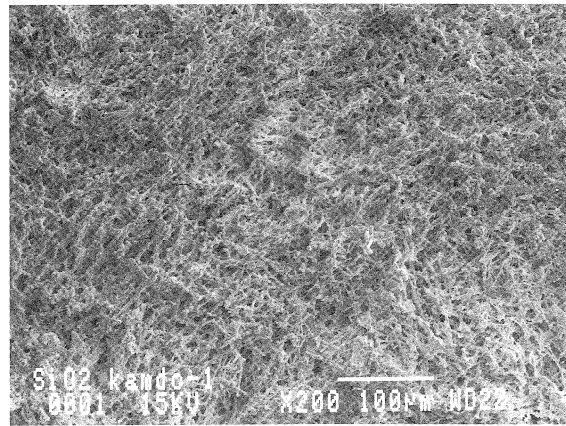


Fig.8 アモルファスシリカ 電子顕微鏡写真

リカによる合成実験を比較すると、アモルファスシリカによるウイスキーの方がアスペクト比（縦横比）が大きくなっていることを確認した (Fig. 10)。

窒化ケイ素ウイスキーは、前述したように高強度、高耐熱性材料であり、今後は比強度を要するロボットの関節部やマイクロ部品等で使用される材料との複合化によって高機能材料の製造が期待できる。

また、アモルファスシリカの階層的多孔を生かして、その中にナノカーボンを生成させる複合材料の可能性とその性質把握についても今後検討を行う。

#### 4 結 言

今回の調査研究では、地域資源を生かしたナノテクノロジーの可能性を調査したものであり、中でも温泉資源であるアモルファスシリカの特異な組織構造を発見するとともに、新材料創製の可能性も確認した。また、窒化ケイ素ウイスキーは長繊維生成が今後の用途開発で重要な要素であるため、さらに実験条件の検討を行う。

今後、これらの成果をさらに検証し、企業等と連携して新材料開発や高機能化、用途開発に取り組んで、地方発のナノテクノロジーを目指していく。

最後に、本事業の推進にあたって、ナノテクノロジーに関するご講演だけでなく複合化技術についてもご指導を賜った東京理科大学名誉教授の小石眞純氏、並びに試験分析においてご協力を賜った山口県産業技術センター、粒状竹炭の走査電子顕微鏡観察については、九州大学先端物質科学研究所教授持田勲氏に厚く謝意を表す。

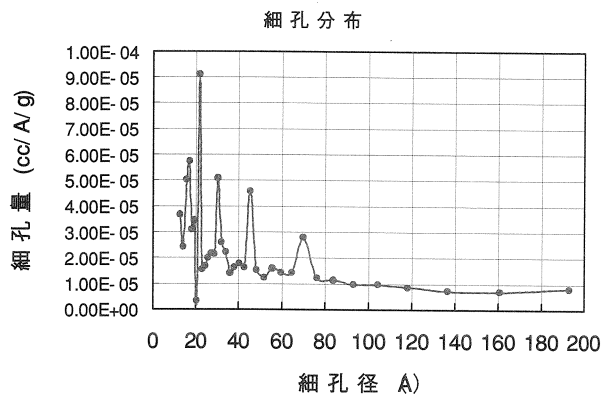


Fig.9 アモルファスシリカの細孔分布

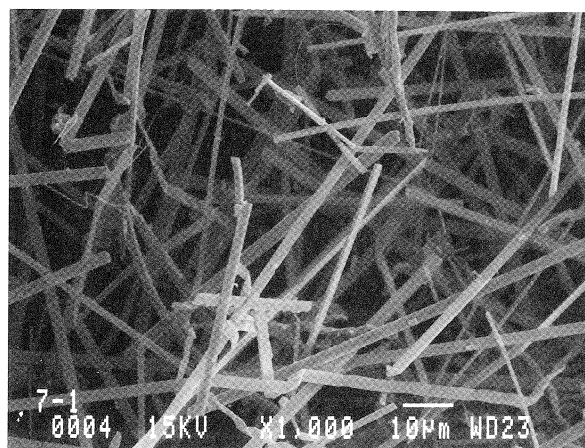


Fig.10 窒化ケイ素ウイスキー