

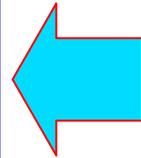
# プロジェクト名:超ハイブリッド材料技術開発 (ナノレベル構造制御による相反機能材料技術開発)

研究開発年度:平成19年度～平成23年度

## 1. 事業の目標

有機材料の長所と無機材料  
の長所を兼ね備えた  
超ハイブリッド材料の創製

- ◆超ハイブリッド材料創製技術開発
  - ・電気電子材料分野
  - ・光学材料分野



超ハイブリッド材料を支えトレードオフを  
解消する基盤技術の開発

- ◆相反機能発現基盤技術開発
- ◆相反機能材料創製プロセス基盤技術開発
- ◆材料設計に資する統合評価・支援技術開発

当社は、相反機能材料創製プロセス基盤技術開発を担当し、プロセス開発及び、超ハイブリッド材料創製技術開発グループに粒子の提供を行った。

## 2. プロジェクト全体の成果

### ◆電気・電子材料分野

世界最高レベル・従来比10倍の熱伝導率(40W/m·K)を有し、絶縁性、密着性、成形加工性を両立させた高熱伝導性フィルムの開発に成功

### ◆光学材料分野

フレキシブル・屈折率制御・透明フィルムの開発に成功  
(高屈折率層 $\geq 1.78$ ,低屈折率層 $\leq 1.38$ )

### 3. 成果

#### ◆各粒子ごとに特化した連続式超臨界水熱合成装置を開発

連続式超臨界水熱合成装置のスケールアップ時の課題をまとめたものを図1に示す。

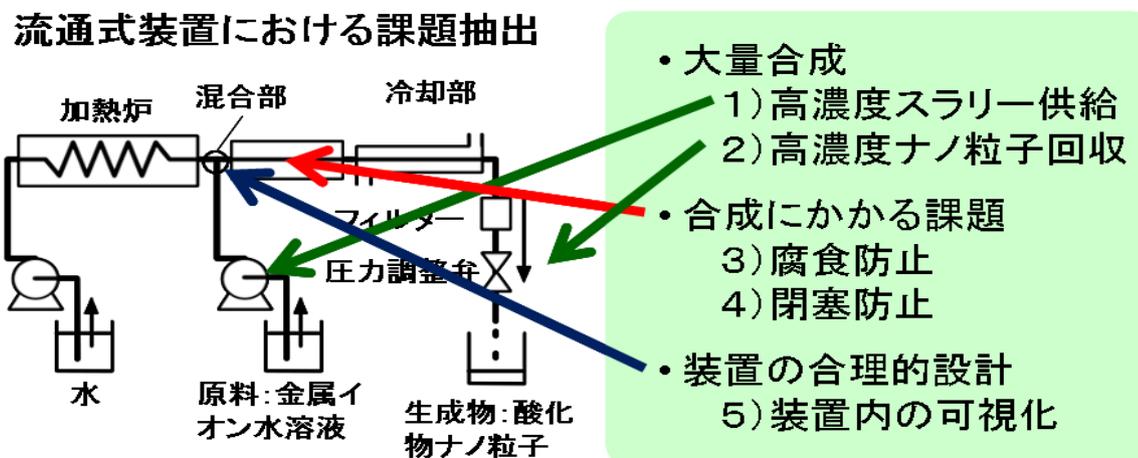


図1. 連続式超臨界水熱合成装置スケールアップ時の課題

- ◆高濃度スラリーが連続的かつ自動的に供給/回収出来るシステムを開発(図2,3)
- ◆原料を調節することにより腐食、摩耗によるコンタミの問題を解決
- ◆可視化セルを用いて混合部内部の流動を視認(図4,5)

原料性状(溶液、スラリー)に特化した連続式超臨界水熱合成装置を開発

## ◆高濃度スラリー供給／回収システムの開発

従来、原料の供給にはプランジャーポンプを使用していたが、濃度が高くなるに従い、原料はスラリー状になるため、プランジャーポンプでは送液が困難になる。また、回収も従来は圧力調整弁を通過した粒子を直接捕集していたが、濃度が高くなると圧力調整弁システムがエロージョン等により保圧が出来なくなる。そこでプランジャーポンプを直接粒子が通過しない供給システム、圧力調整弁内を粒子が通過しない回収システムを開発した。図2に供給システムを、図3に回収システムを示す。



図2. 供給システム



図3. 回収システム

## ◆混合部内部流動の可視化

急速昇温プロセスを利用したナノ粒子合成においては、超臨界水と原料溶液が合流する混合部内部の流動状態が重要になる。そこで、高温高压状態で使用が可能な可視化セルを開発し、高速度カメラを用いて超臨界状態の流動状態を可視化することに成功した。また、この可視化結果を東北大学に提供し流体シミュレーション結果と照合、流体シミュレーションの妥当性を確認した。可視化セルの取付状態を図4に、可視化セル内の様相を図5に示す。右方向から超臨界水を、斜め右上から原料溶液(常温、混合状態が分かるように染料で着色)を混合させた状態を示す。

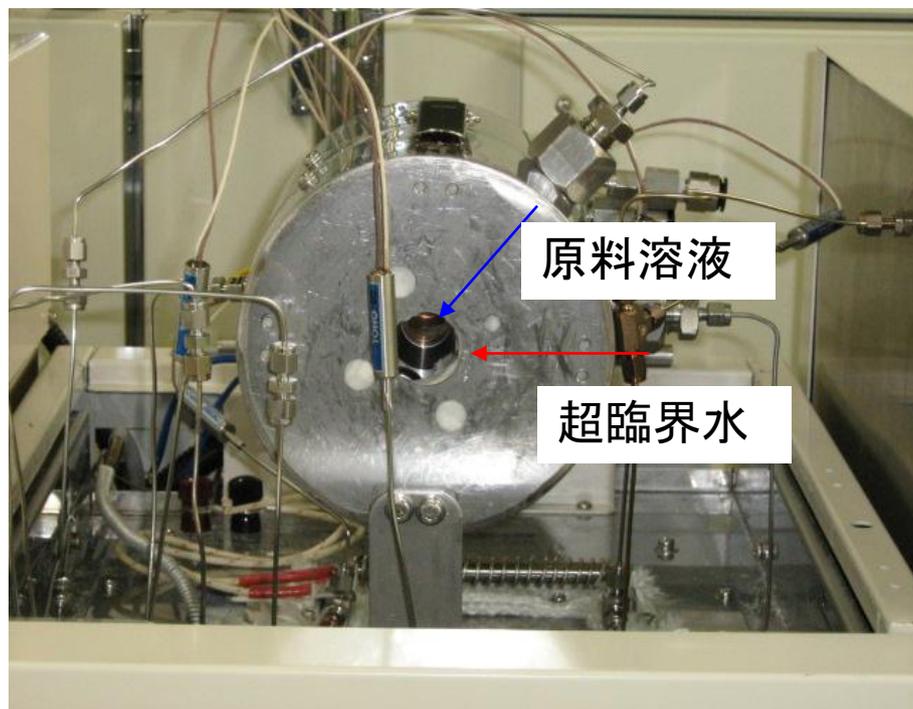


図4. 可視化セル取付状態

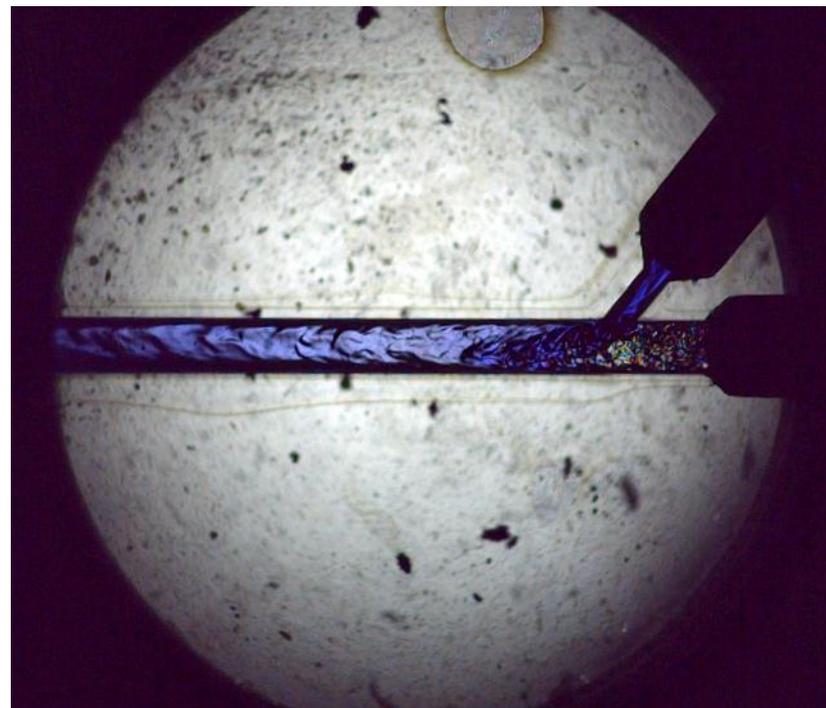


図5. 可視化セル内部の様相

## ◆原料性状に特化した連続式超臨界水熱合成装置の開発

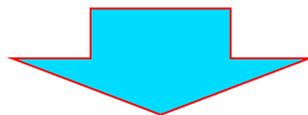
プロジェクト期間中に開発した連続式超臨界水熱合成装置の外観写真を図6に、主な仕様を表1に示す。



図6. プロジェクト期間中に開発した連続式超臨界水熱合成装置の外観写真

	MOMI超	MOMI超MEGA	MOMI超MEGA	MOMI超GIGA
送液流量(精製水)	1kg/hr	6kg/hr	10kg/hr	15kg/hr
粒子合成	○	○	○	○
連続供給/回収システム		○	○	○
熱回収システム		○	○	○
濃縮分離機構				○

表1. 連続式超臨界水熱合成装置の主な仕様

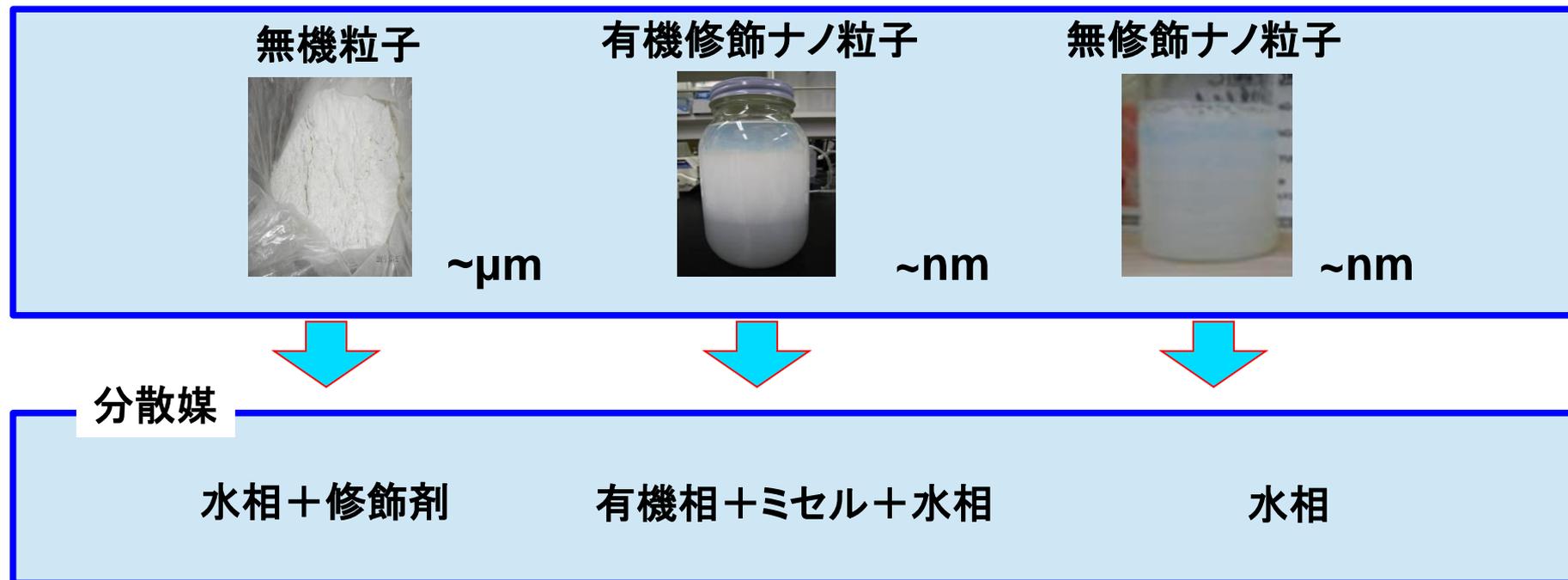


従来は1回の合成で数百mmgしか出来なかったものが連続式超臨界水熱合成装置を開発したことで、粒子によっては1kg/h以上の粒子を合成することに成功した。

## ◆濃縮分離

本プロジェクトでは、 $\mu\text{m}$ オーダーの無機粒子、 $\text{nm}$ オーダーの粒子を対象としている。 $\text{nm}$ オーダーの粒子については有機修飾、無機修飾粒子を合成するため、其々の性状に適した濃縮分離プロセスの開発が必要になる。

### プロジェクトが対象とする粒子



- ◆無機粒子は自然沈降 + フィルタープレスにより濃縮分離が可能
- ◆水と有機溶媒は遠心分離操作により濃縮分離が可能
- ◆無修飾ナノ粒子は遠心分離或いは限界濾過により濃縮分離が可能

## ◆年間生産量10tの大型流通式超臨界水熱合成装置を開発

年間10tの無機フィラーを処理するために必要な高濃度スラリー供給装置、回収装置及び濃縮分離装置を開発し、一連のシステムとして装置化した。外観写真を図7に、概略系統図を図8に示す。



図7.大型流通式超臨界水熱合成装置外観写真

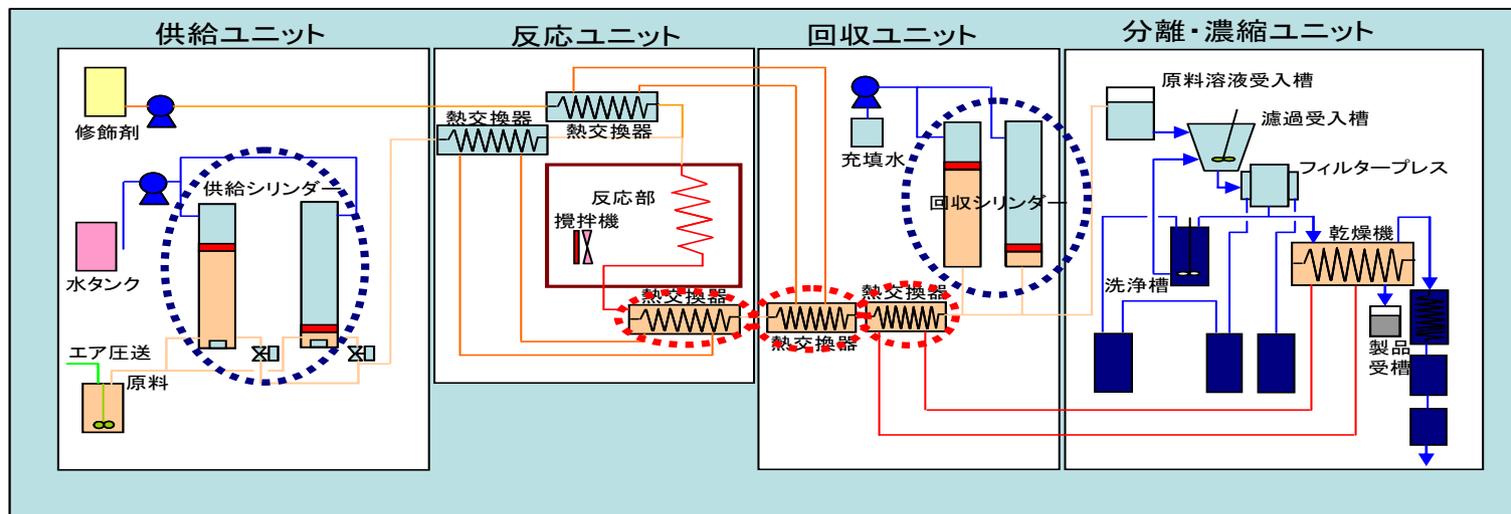


図8.大型流通式超臨界水熱合成装置の概略系統図

- ◆高性能熱交換器の採用により高い省エネを達成。
- ◆35wt%という高濃度スラリーを数十時間、連続的、自動的に供給、回収出来ることを確認した。

## ◆有機修飾無機フィラーの分析手法の検討

連続超臨界水熱合成装置で有機修飾した無機粒子の修飾状態の分析については、有機修飾の対象とした無機粒子が修飾量が少なく、熱重量分析や赤外分光分析では修飾状態の分析が困難であると考えられたことから、有機修飾材の検出と定量には不活性ガス(He)中で試料を瞬間的に数百°Cに加熱した時に脱離する有機分子をガスクロマトグラフィーで分離して質量分析計で検出する加熱発生ガスGCMS法(PY-GCMS)を検討した。また、修飾状態即ち有機修飾分子の無機粒子表面への結合強度の比較には不活性ガス中(或は超高真空中)で試料を数十°Cから数百°Cにまで昇温する過程で脱離してくる有機分子を質量分析計で検出する昇温脱離ガス分析法(TPD-MS)を検討した。

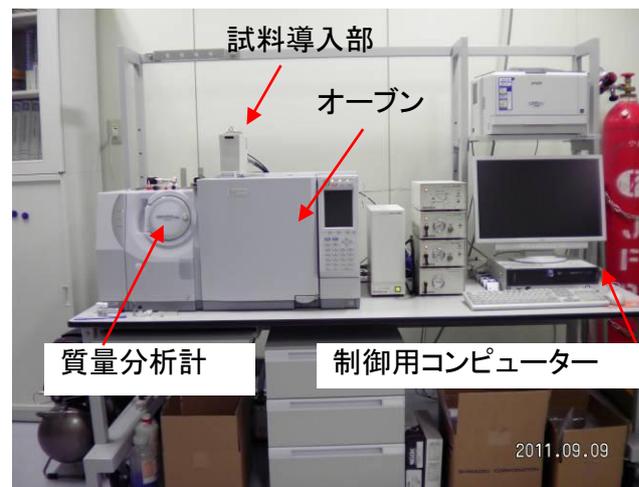
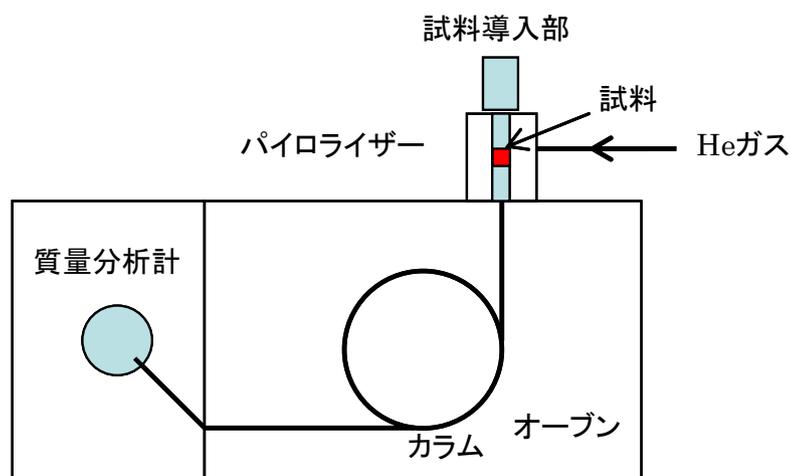


図9. 加熱発生ガス分析および昇温脱離ガス分析装置外観写真

今回、検討したPY-GCMS分析及びTPD-MS分析が有機修飾した無機粒子の修飾状態の評価に有用であることを確認した。