

九州大学／鳥山 誉亮 氏・山本 知一 氏

フルヤ金属様は、本来混ざらない2種類の金属を合金化した新たなナノ合金触媒を大量生産するためのプロセスの開発を進められています。合成された粒子の各元素の固溶状態を評価するために電子顕微鏡による元素分析を行いました。ナノ合金触媒は、触媒粒子のサイズが小さい

ほど活性化しますが、粒子が小さくなると分析中に電子ビームにより粒子が変質してしまう可能性があります。そのため電子ビームの強度には注意を払って分析を行いました。



広電圧超高感度
原子分解能電子顕微鏡

電子顕微鏡の解析は、現場に足を運んでいたことが大事です。依頼側と観察側がその場で話し合いながら分析を進めることで、必要なデータが得られます。結果を見ながら、合成条件の変更や合成プロセスの改良点をアドバイスすることもあり、一緒に研究を進めている思いです。

工業製品は常に同じ品質でなければならず、生成物および副生成物の分析は合成プロセスの改善に役立ちます。同じ条件で作製した場合の品質を証明することが大切です。最近では、特許申請には電子顕微鏡の画像と分析データが欠かせません。

原子スケールの構造や現象を明らかにするのが我々の使命です。企業とのコラボレーションは、新たな構造を見られるチャンスでもあり、研究心を刺激する機会となっています。

ナノテクノロジープラットフォーム

まずはセンター機関に相談を！



微細構造解析プラットフォーム

大学 7校 研究機関 4機関

【主要研究設備】マルチビーム超高圧電子顕微鏡、収差補正分析電子顕微鏡、単原子分析電子顕微鏡、陽電子プローブマイクロアナライザー装置、軽元素対応型超高分解能走査透過型電子顕微鏡、反応科学走査透過電子顕微鏡、極低温高分解能透過電子顕微鏡、超高圧電子顕微鏡、SPRING-8 放射光源ビームライン、電子分光型超高圧電子顕微鏡



微細加工プラットフォーム

大学 13校 研究機関 3機関

【主要研究設備】電子ビーム露光装置、ステッパー、RIE (Reactive Ion Etching) 装置、スパッタ装置、CVD装置、収束イオンビーム装置、レーザー加工装置、膜特性計測・分析装置、形状計測装置、表面計測装置 (SEM等)



分子・物質合成プラットフォーム

大学 8校 研究機関 2機関

【主要研究設備】核磁気共鳴装置、光分析装置、質量分析・その他材料評価、バイオ用光学顕微鏡、バイオ評価、真空成膜装置や薄膜 / ナノ調製加工、化学材料合成・素子作成、バイオ調製、透過型電子顕微鏡、表面分析 (走査電子顕微鏡 / EDX / EPMA、電子分光 (XPS / UPS / AES))、X線回折装置、走査型トンネル顕微鏡、原子間力顕微鏡

■ 問い合わせ先



文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム
センター機関 国立研究開発法人物質・材料研究機構
Tel.029-859-2777 E-mail.NTJ_info@nanonet.go.jp

九州大学
ナノテクノロジー研究支援拠点
<https://nanoplat.kyushu-u.ac.jp/>



ナノテクノロジープラットフォーム
<https://www.nanonet.go.jp/>



株式会社フルヤ金属

化粧品・研究開発本部 化粧品事業推進部 化粧品研究開発室

池田 泰之 氏・寺田 健二 氏

User Report

Nanotechnology Platform Japan

分析評価技術を駆使した品質管理
社会実装に向けた量産技術開発で
ナノ合金の連続生産品質を確かなものに



イリジウムとルテニウムをはじめとしたナノ合金の担持触媒の粉末とコロイド溶液。

スをいただいたことで、信頼性の高いデータが得られるようになりました。そのデータを基に、連続フロー量産装置による品質が安定した固溶体ナノ合金触媒を生成する条件を見出すことができました。

九州大学には、私にはない知識や技術があり、測定や結果の考察をする上での確かなアドバイスをいただけるのが魅力でした。協力を得ながら観察を続けた結果、最適な反応条件を見つけ出し、連続フロー量産装置の開発に成功しました。現在の生産能力は小規模ですが、将来は、数百キログラムから数トン単位の量産体制を整えたいと考えています。

この固溶体ナノ合金触媒の元素の組み合わせは無数にあることから、多様な機能を発現することが期待できます。可能性も無限です。例えば燃料電池や水素関連の分野での利用が期待でき、水素社会の実現に貢献したいと思います。

ナノテクノロジープラットフォームは、機器の利用だけでなく、大学の方とディスカッションすることで、新たな気付きも与えてくれます。そのような機会が、研究のスピードを速めてくれると思います。そして、資金力に限りがある中小企業にとって、大企業と同じ土俵で戦う武器になってくれます。今後、さらに利用させていただくとともにナノテクノロジープラットフォームの発展を期待しています。

株式会社フルヤ金属
化成品・研究開発本部 化成品事業推進部
化成品研究開発室

〒300-4104
茨城県土浦市沢辺 57-4

<https://www.furuyametals.co.jp/>



急務でした。

そこで、高温高圧の有機溶媒中で合成を行う「ソルボサーマル合成法」を応用した連続フロー量産装置の開発に着手しました。あらかじめ均一に混ぜたパラジウム溶液とルテニウム溶液を還元剤と連続的に混合する装置で、温度や時間などを変えながら最適な条件を探求しました。

市場に求められる品質に近づけるためには、目標通りの品質で作製できているかを正しく評価することが最も重要でした。ナノサイズの合金の評価は非常に困難で、高精度な評価を可能にするためには最先端の走査透過型電子顕微鏡(STEM)が必要であり、九州大学でナノテクノロジープラットフォームを利用させていただきました。

ナノサイズの技術開発をする上で、最先端の装置と大学の知識や技術のバックアップが期待できるナノテクノロジープラットフォームは非常に心強かったです。

元々、2つの金属は混ざらない材料ですが、赤と青を混ぜたら紫になるように、完全に融合した粒子になるのが理想です。

実際、使用させていただいたSTEMでは試料のサイズや形態、組成などを知ることができます。パラジウムとルテニウムの信号は異なるため、STEMで分析すると2つの像が見取れます。その像を比較してパラジウムとルテニウムの信号がほぼ同じ位置だと確認できましたので、2つの金属が固溶していると判断できました。

また、分析評価においてはナノスケールの粒子は熱に弱く、九州大学の技術職員の方に電子線の量や当て方など細かなアドバイ



当社はプラチナグループメタル(PGM:白金族元素)を有効に使い、社会の発展に貢献している会社です。特に、イリジウムとルテニウムが持つ高い機能性に着目し、タッチパネルや有機EL向けの材料をはじめ、ルツボ(耐熱性容器)や熱電対(測温計)、化学触媒などの工業用貴金属製品の製造販売、そして回収・リサイクルに注力しています。

また、鉱山で産出されたイリジウム、ルテニウムを高純度化する技術は世界でも数社しか有しておらず、日本では当社が唯一保持しています。

今回、当社はPGMを用いた「固溶体ナノ合金」の連続フロー量産技術の開発に取り組みました。金属には原子レベルで混ざらないとされてきた組み合わせがあり、合金にできる金属は日常的に利用できる金属の約3割に過ぎません。パラジウムとルテニウムも混ざらないことが常識でした。

2014年、京都大学の北川宏教授が、2種の金属塩溶液と還元剤を混合して還元する「液相還元法」によって、パラジウムとルテニウムを原子レベルで混ぜた「固溶体ナノ合金」の生成に成功しました。当社は、北川教授からその手法を学び、自動車排ガス触媒に展開しようと、量産化技術の確立を目指しました。

量産化を進める上で課題となったのが、元素同士の混ざり方の均一化と、粒子径の均一化です。つまり品質の安定化を図ることが

実用化にめどが立った連続フロー量産装置。生産能力のアップに向けて、日々、改善を続けている。

市場に求められる品質に近づけるため、大学の知識と技術が大きな推進力となりました。

