

カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト

事業原簿 (公開版)

担当部室	独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構 電子・材料・ナノテクノロジー部
------	---

— 目 次 —

概要	i
ナノテク部材・イノベーションプログラム基本計画	vi
「カーボンナノチューブキャパシタ開発」プロジェクト基本計画	xxiii
ナノテクノロジー分野の技術ロードマップ カーボンナノチューブ(CNT) (ナノマテリアル)	xxx
事前評価書	xxxii
「カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト基本計画(案)」に対する パブリックコメント募集の結果について	xxxvii
カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト用語集	xxxvii
I. 事業の位置付け・必要性について	1
1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性	1
1.1 NEDOが関与することの意義	1
1.2 実施の効果（費用対効果）	2
2. 事業の背景・目的・位置付け	4
2.1 事業の背景・目的	4
2.2 事業の位置付け	5
II. 研究開発マネジメントについて	7
1. 事業の目標	7
2. 事業の計画内容	8
2.1 研究開発の内容	8
2.2 研究開発の実施体制	11
2.3 研究の運営管理	14
3. 情勢変化への対応	16
4. 中間評価結果への対応	17
5. 評価に関する事項	19
III. 研究開発成果について	20
1. 事業全体の成果	20
1.1 プロジェクトの概要	20
1.2 研究開発の目標	20
1.3 研究開発内容	20
1.4 各研究開発項目の課題内容	20
①CNT量産化技術開発	20
②CNTキャパシタ開発	21
1.5 各研究開発項目の成果要約	22
①CNT量産化技術開発	22
②CNTキャパシタ開発	27
1.6 プロジェクト成果の位置づけ	35
1.7 全体成果の総括	37
1.7.1 論文発表・特許出願・受賞などの実績	37
1.7.2 プレス発表状況	50
1.7.3 その他の成果普及について	51
2. 研究開発項目毎の成果	52
2.1 研究開発項目①CNT量産化技術開発	52
2.1.1 開発課題の設定	52
2.1.2 開発成果の概要	52
2.1.3 成果のまとめと今後の展開	70
2.2 研究開発項目②カーボンナノチューブキャパシタ開発	72
2.2.1 開発課題の設定	72
2.2.2 開発成果の概要	72
2.2.3 成果のまとめと今後の展開	74
IV. 実用化、事業化の見通しについて	77
①カーボンナノチューブ量産化技術開発	77
②カーボンナノチューブキャパシタ開発	78

概要

最終更新日 平成 23 年 10 月 11 日

プログラム (又は施策)名	ナノテク部材イノベーションプログラム 省エネルギー技術開発プログラム		
プロジェクト名	カーボンナノチューブキャパシタ開発	プロジェクト番号	P06028
担当推進部 /担当者	電子・材料・ナノテクノロジー部 担当者氏名 榎田 毅彦 (平成 23 年 10 月現在) 電子・材料・ナノテクノロジー部 担当者氏名 鍵谷 圭 (平成 19 年 10 月～23 年 3 月) ナノテクノロジー・材料技術開発部 担当者氏名 尾白 仁 (平成 18 年 6 月～平成 19 年 9 月)		
0. 事業の概要	キャパシタ(蓄電部材)の電極材料として活性炭の代わりにカーボンナノチューブを用いることにより、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることができる。また高密度、高重量、高配向性のカーボンナノチューブは、比表面積当たりの電気容量が活性炭より大きく、高エネルギー密度の電極材料となる可能性を有している。これらの特性を利用し、キャパシタの需要に求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタを開発する。最終達成目標としてエネルギー密度 20Wh/kg、パワー密度 10kW/kg、寿命 15 年をデバイスレベルで達成する。		
I. 事業の位置付け・必要性について	本研究開発は、第 3 期科学技術基本計画の分野別推進政策のナノテクノロジー・材料分野、エネルギー分野、ものづくり分野の 3 分野で重要な研究開発課題と位置付けられている。また、平成 17 年度に実施された総合化学技術会議での SABC 評価において、本研究開発には S 評価が与えられ、我が国の重要技術と認識されている。本研究開発では、基板から垂直配向したミリメートル台長の単層カーボンナノチューブの大量合成技術を開発し、高純度で低価格の単層ナノチューブを供給し、高機能、高耐久性、経済性を兼備したキャパシタ(エネルギー分野：重要な研究開発課題「電力貯蔵技術」)を平成 23 年 2 月までにデバイスレベルまで試作し、実用化を図る。		

II. 研究開発マネジメントについて

事業の目標	①カーボンナノチューブ量産化技術開発 ・ 表面積：1000m ² /g 以上(中間目標)、2000m ² /g 以上(最終目標) ・ 基板垂直配向単層カーボンナノチューブ長：5mm(中間目標)、10mm(最終目標) ・ 生産規模：100g/日(中間目標)、1kg/日(最終目標) ②カーボンナノチューブキャパシタ開発 ・ エネルギー密度：15Wh/kg(中間目標)、20Wh/kg(最終目標)						
事業の計画内容	主な実施事項	H18fy	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	
	① CNT 量産化技術開発						→
	② CNT キャパシタ開発						→
開発予算 (会計・勘定別に事業費の実績額を記載) (単位：百万円) 契約種類： ○をつける (委託(○)) 助成() 共同研究(負担率())	会計・勘定	H18fy	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	総額
	一般会計						
	特別会計 (電源・需給の別)	479	432	343	298	195	1,748
	加速予算 (成果普及費を含む)						
	総予算額	479	432	343	298	195	1,748
	(委託) (助成) : 助成率△/□						

	(共同研究) :負担率△/□				
開発体制	経産省担当原課	製造産業局ファインセラミックス・ナノテクノロジー・材料戦略室			
	プロジェクトリーダー	<ul style="list-style-type: none"> ・プロジェクトリーダー：荒川 公平(日本ゼオン) 前任：飯島 澄男(産業技術総合研究所) ・サブプロジェクトリーダー：湯村 守雄(産業技術総合研究所) ・グループリーダー：上島 貢(日本ゼオン)、玉光 賢次(日本ケミコン) 			
	委託先(*委託先が管理法人の場合は参加企業数および参加企業名も記載)	委託先：独立行政法人産業技術総合研究所 日本ゼオン株式会社 日本ケミコン株式会社 再委託先：国立大学法人 東京農工大学 国立大学法人 岡山大学			
情勢変化への対応	<p>研究開発を加速するために、平成 18 年度秋に加速財源により、スーパーグロース連続 CVD 合成装置、高精度薄膜塗工装置、レーザー溶接装置が導入された。スーパーグロース連続合成装置を早期に導入することにより、平成 18 年度中に基礎実験と並行してスーパーグロース連続 CVD 合成装置システムの設計・製作を実施する事が可能になった。これにより、基礎実験成果を連続合成装置に早期に適用することが可能となり、量産化技術を飛躍的に伸ばすことができた。</p> <p>スーパーグロース技術では、触媒を成膜した基板の上にカーボンナノチューブを成長させることを特徴としている。生産性の効率を上げるためには、基板の大面积化、成長連続化が必要不可欠であるが、高精度薄膜塗工装置の導入により、触媒粒子の分散液を塗布するウェットプロセスの開発が可能になり、基板大面积化、成長連続化が促進され、大幅な製造コストダウンが実現できる。本触媒の製膜技術の確立により、国際的競争力が大幅に向上することが期待される。</p> <p>レーザー溶接装置の導入により、キャパシタ素子を導入した金属ケースと金属の蓋(封口板)をレーザー照射して溶融接着させたセルを用いることで信頼度±1年のキャパシタセルの寿命評価を実施した。これにより寿命評価技術を加速することで、ライバル技術より長寿命のキャパシタの開発が促進された。さらに、これまで曖昧であったキャパシタの寿命評価法の標準化を優位に進めることも可能になった。</p> <p>平成 19 年度秋に加速財源により、キャパシタ試作装置並びに電極表面分析装置が導入された。キャパシタ試作装置の導入により、キャパシタ性能に大きな影響を与えない雰囲気(低露点環境)下を作り出し、作業効率を向上した。最適な露点及び電極作製条件を明らかにすることにより、キャパシタ初期特性のみならず、製造工程の高効率化という工業的・産業的ニーズも満たす成果をあげることができた。</p> <p>電極表面分析装置の導入により、劣化後の電極表面に存在する 1~数十 nm の電極細孔壁面に生成された表面官能基や堆積物を同定し、電解液劣化後のみならずキャパシタ内部での総合的な劣化解析による寿命特性向上という成果をあげた。</p> <p>当該プロジェクトで得られた CNT 量産化技術を活用した SGCNT 量産実証プラントを平成 21 年度補正予算で建設し、500mm 角基板に対応した触媒基板製造装置、連続 CVD 合成装置による大面积 SGCNT フォレストの合成に成功している。</p>				

中間評価結果への対応	<p>CNT 量産基盤技術開発においては、合成メカニズムの解明、得られた知見を活用し触媒形成プロセス調整で直径制御(1.9~3.2nm)に成功し、多種多様な用途に対応可能な基盤技術を構築した。また、水分以外の触媒賦活物質と高効率成長の可能性を探索し、合成時における温度及び炭素導入量の最適化、及び特殊シャワーの組合せにより、高収量、高比表面積のSGCNTを得ることに成功した。これは、当初の収量の6倍以上に相当し、キャパシタ用途に見合うコストの可能性が示唆された。さらに、スーパージョイント法で得られるSGCNTに最適な簡易評価技術を構築し、量産技術開発にフィードバックした。</p> <p>CNT 量産化技術開発においては、実用化において競争力のあるコスト、大量供給を可能とする製造プロセスの要素技術開発を中心に検討を実施した。具体的には、量産に向けた安価な基板、触媒の開発を行うと共に、成長プロセスの改良によるA4、500mm×200mmサイズ基板でのSGCNTの合成、連続炉でのSGCNTの合成に成功してきた。これら技術を平成21年度補正予算事業に展開し、産業技術総合研究所内に500mm角基板に対応した量産実証プラント(生産能力:600g/日)を建設、大面積基板での連続合成に成功している。今後は継続研究を通じ、低コストプロセスのブラッシュアップ、基盤技術開発で得られた新規合成法の連続合成炉への適用、並びに品質の安定化を図り、キャパシタ用途に見合う低コストプロセス開発を継続して実施する予定にしている。</p> <p>CNT キャパシタ基礎開発においては、SGCNT電極の容量発現メカニズムの解明ならびにキャパシタ電極の最適化に資する基礎的研究を実施した。具体的には、電極シートの電気伝導性変化などから電気化学的ドーピングによる充放電機構を明らかにした。また、高表面積化のための重要技術である開口処理について、二酸化炭素・空気など様々な酸化剤による酸化・開口処理を行い、蓄電メカニズム、開口処理方法による細孔径の制御、細孔内への電解液・電解質イオンの浸透が十分であるかなど、開口による高エネルギー密度化のための条件を調べ、電解液が十分浸透できる処理条件を明らかにした。さらに、重要パラメータの一つであることが明らかとなった微量の混入金属不純物がキャパシタ特性に与える影響に関して分析・検討し、キャパシタ特性改善のため、酸処理による金属除去手法を確立した。</p> <p>CNT キャパシタ応用開発においては、性能、コスト、実用化・事業化の観点から、SGCNTを用いた真性電気二重層キャパシタ(SGCNT電気二重層キャパシタ)と、コンポジット電極を用いたキャパシタの二種のキャパシタを見極めるための検討を実施した。SGCNTを用いた真性電気二重層キャパシタ開発では、電圧特性や寿命特性に悪影響を及ぼすバインダーや接着剤を用いない100%SGCNTから構成される革新的な電極作製技術を確立した。この技術により、高耐電圧化(~3.5V)が可能となり、従来活性炭を用いた電気二重層キャパシタに比べ約2倍のエネルギー密度とパワー密度が増加した。加えて寿命阻害因子の低減により約16年の寿命が推定可能となり、従来活性炭キャパシタでは成し得ない高性能化に成功した。しかしながら、当初予定していたCNT内壁利用による電極容量増加(理論的に2倍)の検討では、SGCNT電荷量不足という問題から、現時点で、エネルギー密度20Wh/kgの目標値の達成は困難と判明した。コンポジット電極開発では、有機系ポリマー電極材開発(共同研究先:産業技術総合研究所、再委託先:岡山大学)と、金属酸化物系(再委託先:東京農工大学)について、それぞれ優位性を比較検討しながら進めてきた。有機系ポリマー電極、金属酸化物系電極開発ともに、従来活性炭を用いた電気二重層キャパシタを凌駕するエネルギー密度を確認したが、特に金属酸化物系電極開発において、日本ケミコンと東京農工大学の共同開発による革新的なコンポジット電極材料作製技術(ナノハイブリッド技術)をSGCNT電極作製技術と融合することで、従来の金属酸化物系電極材料の問題点であった高速充放電特性を解決した。具体的には金属酸化物としてナノ結晶チタン酸リチウムをSGCNTに担持したコンポジット電極材料であり、この材料を負極としたキャパシタ(SGCNTナノハイブリッドキャパシタ)は、エネルギー密度だけでなくパワー密度も飛躍的に向上できる。その値はSGCNT電気二重層キャパシタを上回り、また、自己放電特性などの性能優位性もある。さらにSGCNT使用量を低減できるため、コストメリットも期待できる。以上より、総合的な市場要求の観点から、今後はSGCNTナノハイブリッドキャパシタ開発に集中することとした。</p>	
	事前評価	平成17年度実施 担当部 ナノテクノロジー・材料技術開発部
	中間評価	平成20年度 中間評価実施
	事後評価	平成23年度 事後評価実施
評価に関する事項		

<p>Ⅲ. 研究開発成果について</p>	<p>① カーボンナノチューブ量産化技術開発では、安価なニッケル合金基板を開発し、A4 サイズの金属基板の全面に均一に触媒層を形成する技術、SGCNT 構造体の合成に成功した。CVD プロセスコスト低減のため、連続合成炉を設計し、連続 CVD 合成炉での SGCNT 合成にも成功した。さらに、高さ(長さ)が4mm以上の配向 SGCNT 構造体の合成に成功した他、配向した SGCNT を稲穂の束のように高密度化できることを見出し、SGCNT 固体を創世した。これらの開発した高密度 SGCNT を電極材料として用いるキャパシタは、活性炭を電極とする従来型のキャパシタよりも、高エネルギー密度、ハイパワーを示す事を実証した。さらに、SGCNT の評価を簡便に行える技術を確認し、量産時に適用可能な評価技術を構築した。これらの成果を活用し、500mm 角基板で SGCNT を合成できる量産実証プラントを設置し、当該基板での SGCNT の合成に成功した。</p> <p>② カーボンナノチューブキャパシタ開発では、SGCNT 電気二重層キャパシタ開発において、革新的な電極作製技術により、高性能な SGCNT 電極作製が可能となった。その電極を用いたキャパシタは従来活性炭電気二重層キャパシタに比べて 2-3 倍のパワー密度を示すことが明らかとなった。大型 SGCNT シート化検討により、均一で集電体との接合性の良い大型 (200mmφ) SGCNT シート作製に成功した。この大型 SGCNT シート作製技術とこれまでに確立した革新的電極作製技術により、1000F 級 (大容量) SGCNT キャパシタの作製にも成功した。寿命特性評価においては、SGCNT をキャパシタ用に高純度化することで、それを用いたキャパシタは高電圧下 (3.0V 以上) において非常に優れた寿命特性を示すことが確認され、約 16 年の寿命が推定された。コンポジット電極の研究開発において、革新的コンポジット電極材料作製技術を開発し、本プロジェクトで培った革新的電極作製技術に応用することで、世界最高水準のコンポジット電極作製に成功した。この電極を負極に用いることで、これまでになく高エネルギー密度・高パワー密度を有する高性能キャパシタ作製に成功した。</p>
<p>投稿論文</p>	<p>「査読付き」19件、「その他」6件</p>
<p>特許</p>	<p>「出願済」39件 (うち国際出願 11件)</p>
<p>その他の外部発表 (プレス発表等)</p>	<p>学会発表 75件、受賞 4件、プレス発表 5件</p>
<p>Ⅳ. 実用化、事業化の見通しについて</p>	<p>①カーボンナノチューブ量産化技術開発 本プロジェクト全体の最終目標は、単層カーボンナノチューブを利用したキャパシタの実用化であり、カーボンナノチューブ量産化技術開発は、実用化を可能とするコストと量産供給を可能とする単層カーボンナノチューブ製造プロセスの要素技術開発を目標としている。 本プロジェクトスタート時点での、単層カーボンナノチューブの技術は、従来の単層カーボンナノチューブとの比較で、長さ、成長速度、触媒効率、純度において優れた製法ではあったが、コストと量産性については多くの課題があった。 まず、1)カーボンナノチューブを生成させる基板がシリコンウェハであるため、大面積化が出来ないこと、基板コストが高かったこと、2)カーボンナノチューブ生成におけるキャリアガスがヘリウムガスであるため大きなコストアップ要因であったこと。3)触媒形成が助触媒のアルミナスパッタの後に触媒の鉄のスパッタを行うプロセスであるため、生産性が低かったこと、4)触媒の還元とカーボンナノチューブの生成が不連続プロセスであるため量産性が低かったこと等が挙げられる。 上記課題に対して高価で且つ量産性に必須な大面積化が難しいシリコンウェハ基板代替材料の探索により、ニッケル合金上でもカーボンナノチューブ合成が可能である事を発見した。また、量産化に向けた大サイズ化の検討では、熱流体シミュレーションを活用する事で、A4、500mm×200mm サイズの大型基板でも、従来の1cm角サイズと同等品質のカーボンナノチューブを大量に合成する事に成功した。 また、触媒技術、キャリアガスの低コスト化、連続合成について、大幅な進展が見られた。触媒については、従来の鉄のスパッタリングに対して、ウェットプロセスでの配合、プロセスを確立し、従来の鉄のスパッタリングと同等レベルのカーボンナノチューブの合成を確認した。 キャリアガスについては、従来のヘリウムガスに代わる低コストガスの検討を行った。低コストガス供給シャワーシステムを開発し、低コストガスでも SGCNT の合成が可能である事を確認した。更に、触媒を形成した基板をメッシュベルトに乗せるだけでカーボンナノチューブ合成を連続的に行うことのできる連続炉の設計と製作を完成させ、連続炉での SGCNT の合成に成功した。また、水分以外の触媒賦活物質と高効率成長の可能性を探索し、合成時における温度及び炭素導入量の最適化、及び特殊シャワーの組合せにより、高収量、高比表面積の SGCNT 合成に成功した。これは、当初の収量の6倍以上に相当し、キャパシタ用途に見合うコストの可能性が示唆された。 当該プロジェクトの CNT 量産化技術を平成 21 年度補正予算事業に展開し、500mm 角基板に対応した触媒基板製造装置、連続 CVD 合成装置による大面積 SGCNT フォレストの合成に成功している (量産実証プラント)。今後は、NEDO 継続研究、量産実証プラントでの研究を通じて、連続合成炉、大型連続合成炉への高効率成長実装、量産プロセスの最適化により、さらなる製造コスト低減を目指す。さらに、製造コスト低減のみならず、量産効果によるコスト低減を図るため、量産実証プラン</p>

	<p>トを通じて企業等にサンプルを提供し、他用途での用途開発を促進させ、キャパシタ用途に合うコスト実現を目指す。</p> <p>②カーボンナノチューブキャパシタ開発</p> <p>本プロジェクト全体の最終目標である SGCNT を利用したキャパシタ実用化に向け、CNT キャパシタ開発では、SGCNT の特長を最大限活かしながら、性能、コスト、実用化・事業化の観点も踏まえた新型キャパシタの基盤技術開発を目的としてきた。</p> <p>プロジェクトスタート時より、SGCNT を用いた真性電気二重層キャパシタ（SGCNT 電気二重層キャパシタ）と、コンポジット電極を用いたハイブリッドキャパシタの 2 つのタイプのキャパシタ開発を推進し、前述したように、それぞれ数多くの革新的技術開発に成功してきた。しかしながら、SGCNT を用いた真性電気二重層キャパシタ開発では、市場要求を十分に満たすエネルギー密度を短期的に達成することは困難であり、電極材料として 100%SGCNT を用いるため、SGCNT コストが及ぼすキャパシタコスト高も懸念された。</p> <p>その一方で、コンポジット電極開発では、日本ケミコンと東京農工大学の共同開発による革新的なコンポジット電極材料作製技術（ナノハイブリッド技術）を SGCNT 電極作製技術と融合して構築した SGCNT ナノハイブリッドキャパシタが、SGCNT 電気二重層キャパシタを上回る性能であることを見出した。このキャパシタは SGCNT 使用量も低減できるため、コストメリットも期待できる。</p> <p>以上より、総合的な市場要求の観点から、今後は SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ開発に集中することとした。今後、SGCNT の量産化までに SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ量産化を検討し、キャパシタ材料に見合う低コスト SGCNT の販売時点を目安に SGCNT ナノハイブリッドキャパシタの事業化を目指す。具体的には、まずサンプル提供を開始し、実際の市場動向・ニーズ確認や、顧客獲得を図る。顧客要求数量の増加に伴い、量産設備導入後、量産を開始する。</p> <p>ナノハイブリッドキャパシタの実用化が期待される用途としては、既に大容量キャパシタを搭載しているディーゼルハイブリッド建設機械や港湾クレーンなどの回生用途や大型瞬停対策装置、複写機の省エネ化等への展開が期待できる。さらに今後の展開として、車載用途におけるキャパシタ搭載効果による更なる燃費と電費改善も期待できる。特に SGCNT ナノハイブリッドキャパシタは、いずれの用途に対しても導入効果が高いことから、今後広く普及し、低炭素社会に大きく貢献していくと考えられる。</p>	
<p>V. 基本計画に関する事項</p>	<p>作成時期</p>	<p>平成 18 年 1 月 作成</p>
	<p>変更履歴</p>	<p>平成 18 年 6 月 改訂（プロジェクトリーダーの決定） 平成 20 年 7 月 改訂（イノベーションプログラム基本計画の制定により、「(1) 研究開発の目的」の記載を改訂） 平成 21 年 7 月 改訂（プロジェクトリーダーの変更）</p>

ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画

平成22年4月1日

産業技術環境局

製造産業局

1. 目的

「新成長戦略（基本方針）」（2009年12月閣議決定）に記載されている我が国の強みを活かした「課題解決型国家」の実現に向け、世界をリードする「グリーン・イノベーション」、「ライフ・イノベーション」などを迅速に推進し、課題解決とともに新たな成長の実現を目指す。

具体的には、ナノテク・部材イノベーションプログラムにおいては、情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な技術革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服等を可能とすることを目的とする。

2. 政策的位置付け

○新成長戦略（基本方針）（2009年12月閣議決定）

- ・「（2）グリーン・イノベーションによる環境・エネルギー大国戦略」「（3）ライフ・イノベーションによる健康大国戦略」「（5）科学・技術立国戦略」に対応

○第3期科学技術基本計画（2006年3月閣議決定）

- ・「ナノテクノロジー・材料分野」は、特に重点的に研究開発を推進すべき分野（重点推進4分野）の一つに指定、優先的に資源配分することとされている。
- ・我が国の材料技術は、基礎研究から応用研究、素材、部材の実用化に至るまでの全ての段階において世界のトップレベルを堅持しており、我が国製造業の国際競争力の源泉となっている。

○「イノベーション25」（2007年6月閣議決定）

- ・「ナノテクノロジー・材料分野」は、中長期的に取り組むべき課題として、「1. 生涯健康な社会形成」、「2. 安全・安心な社会形成」、「4. 世界的課題解決に貢献する社会形成」、及び「5. 世界に開かれた社会形成」の分野に位置付けられている。
- ・所要の措置を講じていくことが必要である事項として以下の点が指摘されている。
 - ・学際領域・融合領域における教育等人材育成、拠点形成
 - ・社会受容を促すための積極的な取り組み
 - ・知的財産確保のための戦略的な取り組み

3. 達成目標

- ・世界に先駆けて、ナノテクノロジーを活用した不連続な技術革新を実現する。

- ・我が国部材産業の強みを更に強化することで、他国の追随を許さない競争優位を確保するとともに部材産業の付加価値の増大を図る。
- ・ナノテクノロジーや高機能部材の革新を技術先導することで、これら部材を活用した情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなどの幅広い産業の付加価値の増大を図る。
- ・希少金属などの資源制約の打破、省エネルギー化を目指した低炭素社会の実現など、解決困難な社会的課題の克服を目指す。

4. 研究開発内容

[プロジェクト]

I. ナノテクノロジーの加速化領域

ナノテクノロジーを活用した不連続な技術革新を加速・促進する。

(1) 異分野異業種ナノテクチャレンジ（運営費交付金）

①概要

革新的なナノテクノロジーの研究開発を促進し、キーデバイスの早期実現を目指すため、大学や研究機関などの川上と企業などの川下の連携、異業種異分野の連携による提案公募によって、ナノテク実用化に向けたチャレンジを支援する。

②技術目標及び達成時期

マテリアル・プロセス研究、加工・計測技術研究、昨今の環境意識向上に対応した研究、社会課題を解決するための基盤技術研究に加え、異分野等の融合研究を推進することにより、2014年度までにナノテクノロジーの産業化のための基盤的技術を確立し、実用化を図る。

③研究開発期間

2005年度～2014年度

II. 情報通信領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して既存技術の微細化の壁を突破し、電子デバイス・光デバイスで世界をリードするとともに、高度化された製造技術の開発を行う。

(1) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち新材料・新構造ナノ電子デバイス（運営費交付金）

①概要

従来の半導体は、性能の向上（高速化、低消費電力化、高集積化）を確保するために微細化が進められてきたが、絶縁性、誘電率等の物理的限界、微細化に伴う製造コストの増大など、集積度向上によるメリットが十分達成されなくなっている。

本研究開発では、シリコンで培った微細化技術やデバイス原理を活用しながら、シリコン材料の物理的限界を突破するための“新材料”および“新（デバイス）構造”の開発を行い、次世代の電子デバイス技術を確立する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、産業界が10年後を見据えた将来の電子デバイスを開発する際

に、産業技術として活用できるかどうかの実現可能性を見極め、また技術シーズを確立する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(2) スピントロニクス不揮発性機能技術プロジェクト（運営費交付金）

①概要

将来のエレクトロニクスにおいて中核的な基盤技術となり得るスピントロニクス技術（電子の電荷ではなく、電子の自転＝「スピン」を利用する全く新しいエレクトロニクス技術）を確立するため、強磁性体ナノ構造体におけるスピンの制御・利用基盤技術を開発し、我が国が世界に誇るシーズ技術を核として、産学官の共同研究体制を構築し、将来の中核的エレクトロニクス技術における我が国の優位性の確保を図る。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、超高集積で高速な不揮発性メモリとして期待されるスピンメモリのための基盤技術を確立する。また、新ストレージ・メモリデバイス、不揮発性スピン光機能素子、スピン能動素子等の新しい動作原理によるスピン新機能素子の実現のための基盤技術を確立する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(3) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

窒化物系化合物半導体は、パワーデバイス、高周波デバイス、発光デバイス等、重要なデバイスの飛躍的な性能向上と消費電力削減への貢献を期待されている。このため、従来の半導体材料では実現出来ない領域で動作可能なハイパワー・超高効率の電子素子、超高速電子素子等の作成に必要な窒化物系化合物半導体先進技術の国際競争力を強化すべく、高品質かつ大口径単結晶基板、高品質かつ大口径エピタキシャル成長技術等の開発を行う。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、次世代窒化物系半導体デバイスを実現する以下結晶作製技術を開発する。

1) 基板技術（Ga₂N、AlNバルク結晶作製技術）

・口径2～4インチで高品質エピ成膜を可能とする低コストの単結晶基板作製技術の確立。

2) エピ技術（エピタキシャル成膜及び計測評価技術）

- ・低欠陥高品質エピ層を実現する成膜技術及び膜成長過程を計測評価する技術の確立。
- ・高出力かつ高安定動作可能なエピ層の実現
- ・高耐圧超高速な新しいデバイス構造の開発

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) 三次元光デバイス高効率製造技術（運営費交付金）

①概要

波面制御素子による空間光変調技術を確立し、ガラス中に三次元造形を高精度に一括形成できるプロセス技術を開発する。この技術を用いて、具体的な光デバイスを作製し、当該技術の有効性の確認と市場への早期参入のための基盤技術を確立する。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに波面制御素子による空間光変調技術を用いたフェムト秒レーザー照射技術等を確立し、高精度の光デバイスを高速に作製できるプロセス技術を開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(5) 低損失オプティカル新機能部材技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

近接場光の原理・効果を応用した低損失オプティカル新機能部材技術を開発し、実用化の目処を得ることを目的とする。動作原理に近接場光を用いるオプティカル新機能部材は、従来の材料特性のみに依存した光学部品では不可能な機能・性能を発揮し、液晶プロジェクター・液晶ディスプレイなど情報家電の省エネルギー、高性能・高信頼化を図る上でのキーデバイスとなることが期待できる。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、共通基盤技術として、ナノ構造部材の設計・作製・評価技術を開発するとともに、ナノ構造部材に発現する近接場光の機能を動作原理とする低損失オプティカル新機能部材を検討し機能を確認する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(6) 半導体機能性材料の高度評価基盤開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

情報通信機器の高機能化や低消費電力化等の要求を満たす半導体集積回路を実現するため、新たな機能性材料開発に貢献する評価基盤技術を開発し、さらに開発した機能性材料を半導体及び半導体集積回路に適用できる統合的なソリューション技術を開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術的目標及び達成時期

2011年度までに、半導体デバイス性能に直結する接合素子の性能性及び信頼性等、半導体製造プロセス全体を俯瞰しつつ、機能性材料開発が可能となる評価基盤技術を開発し、開発した機能性材料を用いた統合的なソリューションが提案できる材料評価基盤を構築する。

③研究開発期間

2009年度～2011年度

Ⅲ. ライフサイエンス・健康・医療領域

ナノテクノロジーを駆使して初めて可能となる診断・治療により革新的な医療を実現する。

(1) 個別化医療実現のための技術融合バイオ診断技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

我が国が有する微細加工技術・表面処理技術といったナノテク等の強みを活かし、染色体異常を高感度、高精度かつ迅速、安価で非コード領域までを検出するゲノムアレイや解析基盤技術開発を行うとともに、全自動解析システムの開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、BAC（染色体の断片）を用いた非コード領域を含むゲノム全領域を検出できる高精度ゲノムアレイを開発する。さらに、臨床現場において、微量サンプル（数ナノグラム）から、12時間以内に染色体異常（増幅、欠失、コピー数多型等）を、低コストかつ定量性・再現性を確保して検出ができる自動染色体異常解析システムのプロトタイプを開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

Ⅳ. エネルギー・資源・環境領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して、エネルギー・資源・環境等の社会的制約を克服すると同時に我が国の強みであるナノテク関連産業・部材産業の競争力を強化する。

(i) エネルギー制約の克服

(1) サステナブルハイパーコンジット技術の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

炭素繊維複合材料は、軽量、高強度等の優れた特性を有している。従来の熱硬化性樹脂を用いた炭素繊維複合材料では成形性・加工性に乏しくリサイクルが困難であったため、熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維複合材料（CFRTP）の開発を行う。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、炭素繊維と熱可塑性樹脂との中間基材を開発し、高速成形技術、接合技術及びリサイクル技術を開発する。

③研究開発期間

2008年度～2012年度

(2) マルチセラミックス膜新断熱材料の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

住宅やビルなどの冷暖房における大幅な省エネを実現する画期的な断熱性能を持つ壁および窓材料を、セラミックスのナノ多孔体構造やポリマー複合化構造などからなるマ

ルチセラミックス膜アセンブリ技術によって開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、熱貫流率（熱の伝わりやすさ）が $0.3\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、壁厚さ10mm程度の超断熱壁材料および熱貫流率が $0.4\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、光（可視光）透過率が65%以上（Low-Eガラス使用）、ヘイズ率が1%以下の超断熱窓材料を実現する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(3) カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト（運営費交付金）（再掲）

①概要

高純度、高密度に配向した長尺の単層カーボンナノチューブの大量合成技術を開発するとともに、これを用いた従来よりも格段にパワー（電力）と蓄電量が大きなキャパシタを開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、単層カーボンナノチューブの高度配向技術及び大量生産技術を確立するとともに、キャパシタ製造技術を確立することで、 $20\text{Wh}/\text{Kg}$ の高エネルギー密度と耐久性を有する電気二重層キャパシタを開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(4) 革新的省エネセラミックス製造技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

小型炉設備で生産可能な小型セラミック中空ユニットを複数組みあわせることで、これまでその製造が難しかった複雑形状かつ大型セラミックス部材を省エネで製作することができる革新的なセラミック部材製造技術を開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2013年度までに、高機能化された小さな精密ブロックを立体的に組み上げ、高効率で接合、一体化をし、複雑形状や大型の部材を製造可能とする革新的なプロセス技術の基盤を確立し、高耐性部材、高温断熱部材及び高比剛性部材の試作を行う。

③研究開発期間

2009年度～2013年度

(5) 革新的ガラス溶融プロセス技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

プラズマ等による高温を利用し瞬時にガラス原料をガラス化することにより、極めて効率的にガラスを気中で溶融（インフライトメルティング法）し省エネに資する革新的

ガラス溶融プロセス技術を開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、インフライトメルティング法により原料を溶解する技術、カレットをガラス原料として利用するため高効率で加熱する技術、カレット融液とインフライトメルティング法による原料融液とを高速で混合する技術を開発する。

③研究開発期間

2008年度～2012年度

(6) 革新的セメント製造プロセス技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

クリンカ（セメントの中間製品）焼成温度の低温化等の効果がある物質（鉱化剤）の開発等を行うことにより、焼成温度の低温化や焼成時間の短縮化等、非従来型の革新的なセメント製造プロセスの基盤技術を開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2014年度までに、単位セメント製造重量当たりのエネルギー消費量8%削減を可能とする基盤技術を確立する。

③研究開発機関

2010年度～2014年度

(7) 高温超電導電力ケーブル実証プロジェクト（運営費交付金）（再掲）

①概要

革新的な高効率送電技術を確立して高温超電導ケーブルの実用化を促進するため、工業生産プロセスで実用化レベルに達している高温超電導線材（DI-BSCCO等）を活用し、首都圏の系統に接続する実証試験及び評価を行う。

なお、本事業は、発電用施設による電気の供給の円滑化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、200MVA級の中間接続部を有した三心一括型高温超電導ケーブルを、冷却装置や保護装置などの付帯設備とともに66KV実系統に接続して、12ヶ月以上の長期連系試験を行うことによって総合的な安全性や信頼性を実証する。

③研究開発期間

2007年度～2012年度

(8) 発電プラント用超高純度金属材料の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

超高純度金属材料を発電設備の蒸気配管等に実用化することを目指し、高純度金属材料の高度化に向けた低コスト・量産化製造技術を開発し、実使用環境における超高純度金属材料の耐久性試験等を行う。

なお、本事業は、発電用施設における電気の供給の円滑化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2010年までに、不純物総量100ppm未満、溶解量数100kg以上の低コスト・量産化技術製造技術を開発するとともに、製造された超高純度材料が発電プラントの各種機器に適用でき、本材料の持つ優れた特性を長期に亘って発揮できることを確認する。

③研究開発期間

2005年度～2010年度

(9) 次世代蓄電池材料評価基盤技術開発（運営費交付金）（新規）（再掲）

①概要

新しい蓄電池材料の性能や特性を共通的に評価できる基盤技術を確立する。これにより、各材料メーカーと電池メーカーとの擦り合わせ期間が短縮され、高性能蓄電池・材料開発の効率が抜本的に向上・加速化される。

②技術目標及び達成時期

2014年度までに、蓄電池の新材料について、構成材料間での適合性及び材料－製造工程間の相互影響の解析を踏まえた、共通的な性能特性評価方法（最適な製造工程、充放電様式等）を確立し、それを踏まえ、評価シミュレーション・システム技術の開発を行う。

③研究開発期間

2010年度～2014年度

(10) 低炭素社会を実現する新材料パワー半導体プロジェクト

①概要

次世代自動車のインバータ（電力制御装置）などに用いるパワー半導体について、Si（シリコン）に比べ、電力損失が1/100以下であるなど、優れた物性を有するSiC（シリコンカーバイド）の実用化を目指す。

②技術目標及び達成時期

高品質・低コストな大口径SiCウエハ製造技術及びSiC高耐圧スイッチングデバイス製造技術を確立する。具体的には、2014年度までに直径15cm（現状の1.5倍。面積では約2.3倍）のウエハ製造技術、鉄道等に用いられる5kV級の高耐圧スイッチングデバイス製造技術を開発する。

③研究開発期間

2010年度～2014年度

(ii) 資源制約の克服

(1) 希少金属代替材料開発プロジェクト（運営費交付金）

①概要

ハイテク製品の製造に不可欠であり世界的な需給逼迫が懸念されるレアメタル（タン

グステン、インジウム、ディスプロシウム) について、ナノテクノロジー等の最先端技術を活用して、代替材料開発・使用量削減を行う。なお、平成21年度からは、これまでの対象3鉱種に加えて、白金、セリウム、テルビウム等も研究開発の対象とする。

②技術目標及び達成時期

タングステン、インジウム、ディスプロシウムについては2011年度までに、白金、セリウム、テルビウム等については2013年度までに、使用原単位について現状と比較して削減ができる製造技術を開発し、ユーザー企業、大学等の外部機関に対して機能評価のためにラボレベルで提供(試料提供)できる水準に至るまでの技術を確立することを目標とする。また、製品の機能や製造コストは現状と同等であることを少なくとも維持することを前提とする。

[対象元素]

- ・超硬工具向けタングステン(W)
- ・透明電極向けインジウム(In)
- ・希土類磁石向けディスプロシウム(Dy)
- ・排ガス浄化向け白金族(Pt)
- ・精密研磨向けセリウム(Ce)
- ・蛍光体向けテルビウム、ユーロピウム(Tb、Eu)

③研究開発期間

2007年度～2013年度

(iii) 環境制約の克服

(1) グリーン・サステイナブルケミカルプロセス基盤技術開発

①概要

化学品等の製造プロセスにおけるシンプル化、クリーン化、原材料・資源の多様化・有効利用、更に、廃棄物の減容化、容易なりサイクル等を実現し、産業競争力強化、国際規制の先取りを図って、将来にわたっても持続的に化学品等を製造するための必要なGSC(グリーン・サステイナブルケミカル)プロセスを開発する。

②技術的目標及び達成時期

2015年度までに、有害な化学物質を削減できる又は使わない革新的な製造プロセス、廃棄物、副生成物を削減できる革新的な製造プロセス、資源生産性を向上できる革新的な製造プロセスの開発を行う。

③研究開発期間

2008年度～2015年度

(2) 革新的マイクロ反応場利用部材技術開発(運営費交付金)(再掲)

①概要

マイクロリアクター、ナノ空孔などの精密反応場を利用し、反応分子の自由な運動を活性種レベルで制御した革新的な化学反応プロセスと新機能材料創成技術の確立を目指す。さらに、マイクロリアクターとナノ空孔反応場の組み合わせ、各反応場とマイクロ波等のエネルギー供給手段との組み合わせにより協奏的反応場を構成し、さらなる高効

率生産等を可能にする基盤技術を開発する。これらの技術の確立により、反応システムの小型化、多段プロセスの簡略化等を通じた化学産業の製造工程等の省エネルギー化を図る。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術的目標及び達成時期

2010年度までに、マイクロリアクター技術、ナノ空孔技術を軸とし、これらに更にマイクロ波、超臨界流体等のエネルギー供給手段を組み合わせた協奏的反応場を構成することにより、これまでにない革新的な化学反応プロセスを確立し、新機能材料創成技術を実現する。さらに、これらの技術を用いて高性能・高機能電子材料、医薬中間体などの部材を開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(3) 循環社会構築型光触媒産業創成プロジェクト（運営費交付金）

①概要

我が国で発見された光触媒技術の新産業分野開拓を目指し、サイエンスにさかのぼることにより、紫外光のみならず、可視光レベルでの性能・機能の飛躍的な向上のための技術基盤を構築する。これにより、従来では困難とされてきた医療関連分野や住宅建材分野、環境関連分野等に光触媒技術を導入し、安心・安全な環境を提供できる技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、材料レベルで紫外光活性2倍、可視光活性10倍の感度向上を達成し、その高感度光触媒を適用した成膜プロセス技術の基盤技術を確立する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) 高感度環境センサ部材開発

①概要

ダイオキシンをはじめとする極微量有害有機物質を超高感度で安価かつ簡易に計測するために、高感度セラミックセンシング材料を用いた環境センサーを開発する。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、ダイオキシン類、エストロジオール及びビスフェノールAについて、0.001ng・mlの濃度において有意な電気信号として検出し得る小型・携帯型計測器に挿入可能な寸法のセンサ部材の開発を目標とする。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(5) 次世代高信頼性ガスセンサー技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

一酸化炭素中毒やガス漏れなどのガス事故を限りなくゼロに近づけるため、センサー

素子のナノレベルでのメカニズム解析及び開発設計を行い、コードレスで高信頼性を有する次世代高信頼性ガスセンサー（COセンサー・メタンセンサー）を開発する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、最先端のナノテクノロジー及びMEMS技術を導入し、電池駆動で5年以上の長寿命、高信頼性（数百ppm以下の故障率）、低コストなCOとメタンのセンサーを開発する。

③研究開発期間

2008年度～2011年度

(6) 環境調和型水循環技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

我が国が強みを持つ、膜技術を始めとする水処理技術を強化し、省水型・環境調和型の水循環システムの開発に資する省エネ・省水型の要素技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2013年度までに、以下の技術を開発する。

・革新的膜分離技術の開発：

従来法に比べ膜透過加圧エネルギー等を50%以上削減。

・省エネ型膜分離活性汚泥法（MBR）技術の開発：

従来法に比べ膜洗浄の曝気（空気気泡）エネルギー等を30%以上削減。

・有用金属・有害物質の分離・回収技術の開発：

従来法に比べ汚泥の削減により汚泥処理・処分エネルギーを80%以上削減。

・高効率難分解性物質分解技術の開発：

従来法に比べ窒素処理に係るエネルギーを50%以上削減。

オゾン酸化法等のエネルギーを50%以上削減。

③研究開発期間

2009年度～2013年度

V. 材料・部材領域

極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザー製造業等との連携（川上・川下連携）を促進し、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。

(1) 鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

プラント、構造物や自動車等の革新的な高効率化、省エネルギー化、長寿命化、安全・安心化を図るため、最新の科学的知見を導入し、鉄鋼材料及び鋼構造体を超高機能化する基盤的研究開発を行う。具体的には、高強度鋼、高機能鋼の実用化拡大の基盤となる(1)高級鋼厚板（高強度鋼、極低温用鋼、耐熱鋼）溶接部の信頼性・寿命を大幅に向上する溶接施工技術（高密度・清浄熱源溶接技術）、及び金属組織制御技術を基本とする材料技術（クリープ破壊及び水素破壊の機構解明等を踏まえた）の開発、(2)部材の軽量化を図るために強度、加工性等の最適機能傾斜を付与する機械部品鍛造技術（駆動部材

の信頼性確保のための耐疲労破壊特性の向上を踏まえた)の開発を行う。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、高級鋼厚板(高強度鋼・極低温用鋼・耐熱鋼)の溶接を予熱・後熱なしに可能とする溶接技術と材料技術を開発するとともに、傾斜機能部材の鍛造技術を開発する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(2) 超ハイブリッド材料技術開発(運営費交付金)

①概要

従来実現が不可能と考えられていた相反する複数機能(トレードオフ機能)を両立できる材料を、異種素材の組合せ(ハイブリッド化)により実現するための技術を開発する。要素技術として、異種材料間の界面挙動をシミュレーション技術等により解明し、ナノレベルよりもさらに微小な原子・分子レベルでのハイブリッド化構造・配列制御のための合成技術を開発する。従来の単一材料では実現困難であったトレードオフの性能を引き出すことで、自動車用構造材料、パワーデバイス用材料、光学材料等を出口イメージとした、高機能革新部材製造に必要な技術基盤を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、電気・電子材料、光学材料、その他工業材料について従来材料では実現できなかった相反機能を解消するとともに、市場評価が可能な成果物を供試し、市場(ユーザー)から、客観的な実用化研究開発課題を抽出する。また、単なる相反機能の解消ではなく、相反機能を制御・実現する技術を開発する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(3) 先端機能発現型新構造繊維部材基盤技術の開発(運営費交付金)

①概要

電界紡糸や熔融紡糸等により創製される極微細な繊維状材料に対してナノオーダーの成形加工や微細な界面加工ならびに複合化することで材料を高機能化した革新的部材を創出する。高機能新材料を求めるユーザーの要望を満たす繊維の極微細加工と高次複合化を解決する基盤技術開発を行う。

②技術的目標及び達成時期

2010年度までに、電界紡糸法による繊維高機能化、大型装置化技術およびナノ熔融分散紡糸法による超極細炭素繊維製造技術を開発し、これら基盤技術を活用して、高性能・高機能電池用部材、高性能・高機能フィルター用部材、高性能・高機能医療衛生用・産業用部材を開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(4) 次世代光波制御材料・素子化技術（運営費交付金）（再掲）

①概要

ガラス材料に関する精密モールド技術を確立し、機能性の高い光波制御素子を低コストで生産できるプロセス技術を開発することで部材の小型化・高機能化を図りつつ、省エネを実現する。

なお、本事業は、エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。

②技術目標及び達成時期

2010年度までにサブ波長レベルの微細構造をガラス表面にモールド成形する技術を実現し、実装可能な具体的なデバイスを作製する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(5) 高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発（運営費交付金）

①概要

複合化金属ガラス（金属ガラスマトリックス中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させたもの）を創製して、次世代高密度記録媒体、超微小モータ用部材および高強度・高導電性電気接点部材を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単層合金の持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等を付与する。この複合化金属ガラスの新規特性を用いて、従来の金属ガラス単層合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用することで、我が国産業の優位性を確保する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(6) マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト（運営費交付金）

①概要

マグネシウム合金部材について、製品歩留まりが高く、高耐疲労性を付与する鍛造技術の開発を行う。また、循環型素材としてのマグネシウム合金部材の特性を活かし、リサイクル材の鍛造用ビレット化に係る課題抽出を行う。当該技術開発により、マグネシウム鍛造部材製造技術の基盤を構築し、我が国の家電、自動車等の川下産業の競争力の強化に不可欠な高度部材を供給する。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに高強度・高耐疲労・加工性に優れたマグネシウム鍛造技術を確立する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(7) 低炭素社会を超軽量・高強度融合材料プロジェクト

①概要

日本で発見されたカーボンナノチューブ（CNT）は、電気や熱をよく通す、高強度で高い柔軟性を持つ等、非常に多くの優れた特性を持つ新規ナノ材料である。このCNTと既存材料との融合を通じて、世界をリードする成長産業の創出に貢献する高機能、高性能な新規融合材料の開発を目指す。

②技術目標及び達成時期

2011年度までにCNTの形状、物性等の制御、分離・評価技術、既存材料中に分散する技術など融合基盤研究を、2014年度までにCNTを既存材料と融合させた応用研究開発技術を確立する。

③研究開発期間

2010年度～2014年度

VI. 共通基盤領域

ナノテクノロジーにおけるリスク不安に対処するため、リスク管理手法を開発し、社会に貢献する産業化のための支援を推進する。

（1）ナノ粒子の特性評価手法開発（運営費交付金）

①概要

ナノ粒子のキャラクタリゼーション、計測技術の確立とともに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びナノテクノロジーによるリスク不安に対処したリスク管理手法を開発する。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びリスク評価手法を開発し、ナノ粒子のリスク評価及び管理の考え方の提言を行う。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

5. 政策目標の実現に向けた環境整備（関連施策）

ナノテクノロジーは、情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなどの分野における科学技術の進歩や課題解決に貢献する重要な技術シーズである。そのため、ナノテクノロジーの研究開発と一体となった関連施策を実施することで、その成果を市場に出していくことが重要である。主な関連施策を、以下に示す。

〔技術戦略マップ〕

- ・NEDO及び経済産業省では、技術戦略マップを策定、毎年改訂し、ナノテクノロジー・部材分野の将来の方向性を見定めながら、合理的かつ効果的な研究開発プロジェクトを推進している。また、技術戦略マップを活用して、多様な連携（川上川下の垂直連携、異業種間の水平連携など）による研究開発を促進、支援し、当該分野の技術革新を促進している。

〔サンプル提供・実用化促進〕

- ・NEDOでは、実施する研究開発プロジェクト成果のサンプルを対象として、それらを活用した用途の開発、実用化ないし製品化提案を有する企業とのマッチングを図ること

で、プロジェクトの事業化を促進する取組みを実施している(サンプルマッチング事業)。

〔基準・標準化〕

- ・経済産業省では、ナノテクノロジー関連の研究開発成果を社会及び市場等に普及するための環境整備として、ナノテクノロジーの標準化活動（ISO/IEC、JIS）を推進している。

〔広報〕

- ・ナノテクノロジーに関する先端技術及び製品等の世界最大の展示会である「nano tech」が毎年日本で開催されている。

〔社会受容〕

- ・ナノテクノロジーの産業化の推進とともに、ナノ粒子のキャラクタリゼーション技術や人の健康や環境に及ぼす影響等の潜在的な課題に関する知見を蓄積する等のナノテクノロジーの社会受容に対する取組みを推進している。
- ・経済産業省では、2006年度から「ナノ粒子の特性評価手法開発」を開始し、工業ナノ粒子のリスク評価管理手法の確立を目標としたプロジェクトを開始し、2009年10月に「ナノ材料リスク評価書」（中間報告書）を公表した。また、政策的対応として、2009年3月に取りまとめた「ナノマテリアル製造事業者等における安全対策のあり方研究会」報告書に基づき、ナノマテリアルの製造事業者等における自主的な安全対策を促進するための情報収集・開示プログラムを実施している。
- ・OECDでは、2006年9月、化学品委員会に工業ナノ材料作業部会（WPMN）が設置され、代表的な14種の工業ナノ材料について、試験計画の合意と試験実施を目的とする「スポンサーシッププログラム」が実施されている。スポンサーシッププログラム対象物質のうち、カーボンナノチューブ（単層、多層）、フラーレンの3物質については日本が中心となって担当し、「ナノ粒子の特性評価手法開発」等の成果で貢献している。

〔人材育成〕

- ・独立行政法人産業技術総合研究所は、「ナノテク製造中核人材の養成プログラム」を実施し、情報家電、燃料電池、ロボット、医療機器、バイオ等の応用分野において、その産業の基盤と創出を支える中堅企業を対象として、「基礎加工技能・技術、特殊な要素技能・技術に習熟し、製造技術の高度化を図る人材」及び「豊富なナノ加工プロセスの知識や先端機器を使いこなすノウハウ等を習熟し、製造現場の技能・技術を統括できる人材」の育成を行っている。
- ・NEDOでは、我が国の産業技術の発展のため、先端分野や融合分野の技術を支える人材の育成と、人的交流の面から産学連携を促進するための「場」の形成を促進する取組みを実施している（NEDO特別講座）。具体的には、優れた成果を生み出しつつあり、大学が技術の中核となっている研究開発プロジェクトをコアプロジェクトとし、そのプロジェクトリーダーの所属大学に拠点を設置し、関連技術の人材育成、人的交流の拡大、周辺研究の実施を行うもの。ナノテクノロジー関連の研究開発プロジェクトも複数実施している。

〔関係機関との連携〕

- ・ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち新材料・新構造ナノ電子デ

バイス、希少金属代替材料開発プロジェクトにおいては、文部科学省との合同会議を設置するなど、連携しつつプロジェクトを推進している。

- ・経済産業省・文部科学省が協力のもと、平成21年6月より産業技術総合研究所、物質・材料研究機構、筑波大学が中核なり、茨城県つくば市において世界的なナノテク研究拠点を形成するための「つくばイノベーションアリーナ(TIA nano)」構想が推進されている。ナノエレクトロニクス、カーボンナノチューブ、ナノ材料安全評価などの研究領域、ナノデバイス実証・評価ファウンドリーなどのインフラを生かし、主要企業・大学との連携網を広げ、産学官に開かれた融合拠点として、ナノテクの産業化と人材育成を一体的に推進することとしている。

6. 研究開発の実施に当たっての留意事項

事業の全部又は一部について独立行政法人の運営費交付金により実施されるもの（事業に（運営費交付金）と記載したもの）は、中期目標、中期計画等に基づき、運営費交付金の総額の範囲内で、当該独立行政法人の裁量によって実施されるものである。

7. 改訂履歴

- (1) 平成12年12月28日付け制定。
- (2) 平成14年2月28日付け制定。材料ナノテクノロジープログラム基本計画（平成12・12・27工総第16号）は、廃止。
- (3) 平成15年3月10日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成14・02・25産局第8号）は、廃止。
- (4) 平成16年2月3日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成15・03・07産局第1号）は、廃止。
- (5) 平成17年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成16・02・03産局第7号）は、廃止。
- (6) 平成18年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成17・03・25産局第4号）は、廃止。
- (7) 平成19年4月2日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成18・03・31産局第13号）は、廃止。
- (8) 平成14年2月28日付け制定。
- (9) 平成15年3月10日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成14・02・25産局第9号）は、廃止。
- (10) 平成16年3月7日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成15・03・07産局第5号）は、廃止。
- (11) 平成17年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成16・03・07産局第5号）は、廃止。
- (12) 平成18年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成17・03・25産局第3号）は、廃止。
- (13) 平成19年4月2日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成18・03・31産局第14号）は、廃止。

- (14) 平成20年4月1日付け、ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画制定。
ナノテクノロジープログラム基本計画（平成19・03・20産局第1号）および革新的部材プログラム基本計画（平成19・03・19産局第4号）は、本イノベーションプログラム基本計画に統合することとし、廃止。
- (15) 平成21年4月1日付け制定。ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画（平成20・03・24産局第1号）は、廃止。
- (16) 平成22年4月1日付け制定。ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画（平成21・03・27産局第2号）は、廃止。

(ナノテク・部材イノベーションプログラム・エネルギーイノベーションプログラム)

「カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト」基本計画

ナノテクノロジー・材料技術開発部

1. 研究開発の目的・目標・内容

(1) 研究開発の目的

ナノテク・部材イノベーションプログラムの目的である、情報通信、環境、エネルギー、医療等のさまざまな産業分野に革新的進歩をもたらすナノテクノロジーによる基盤技術の構築及び革新的産業技術による国際競争力の強化、を達成するために実施するものである。これによりナノテクノロジーを産業化するための基盤技術（ナノマテリアル・プロセス、ナノ加工・計測技術等）を確立し、ナノテクノロジー材料の実用化を目指す。

カーボンナノチューブは、ナノマテリアルの代表的素材であり、従来素材が持たない新しい機能を持った炭素系材料である。高配向性を有した単層カーボンナノチューブの開発は、基盤的なマテリアルプロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタ（蓄電部材）への応用は、ナノテク・部材イノベーションプログラムの産業化展開の代表的な成果になる観点からも必要である。

本事業はナノテクノロジー技術戦略マップの自己組織化分野において、カーボンナノチューブを用いたキャパシタ開発の技術要素として、その重要性が上げられている。

本プロジェクトでは、キャパシタの電極材料として活性炭に代わりカーボンナノチューブを用いる。これにより、粉体成型により製作された活性炭電極のような接触抵抗を無くし、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることを可能にし、キャパシタの需要に求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタを開発する。そのために、高度に配向した長尺単層カーボンナノチューブの大量合成技術の開発及び本カーボンナノチューブを用いたキャパシタ製造技術の開発を実施する。これにより、プリンタ・コピー機用予熱電源、フォークリフト・電車で用いられるキャパシタ需要に対応し、省エネルギー効果を上げる。

また、カーボンナノチューブの大量合成技術の開発を実施することにより、カーボンナノチューブ製造のコストダウンも実施する。

(2) 研究開発の目標

従来の活性炭を電極に用いたキャパシタに代わり、カーボンナノチューブを用いた高性能キャパシタを開発する。キャパシタの目標は、耐久性のあるエネルギー密度が 20Wh/kg 以上のキャパシタを開発する。この目標を達成するために、①単層カーボンナノチューブの高配向、高密度化技術並びに製品化に必要とされるカーボンナノチューブ量産化技術および②キャパシタ製造技術を確立する。

(3) 研究開発内容

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目について、別紙の研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

- ①カーボンナノチューブ量産化技術開発
- ②カーボンナノチューブキャパシタ開発

2. 研究開発の実施方式

(1) 研究開発の実施体制

本研究開発は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO」という。）が、単独ないし複数の原則、本邦の企業、研究組合、公益法人等の研究機関（原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別な研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点からの国外企業との連携が必要な場合はこの限りではない。）から公募によって研究開発実施者を選定後、共同研究契約等を締結する研究体を構築し、委託して実施する。

共同研究開発に参加する各研究開発グループの有する研究開発ポテンシャルの最大限の活用により効率的な研究開発の推進を図る観点から、研究体にはNEDOが委託先決定後に指名する研究開発責任者（プロジェクトリーダー）日本ゼオン株式会社 常務取締役 荒川公平氏を置き、その下に研究者を可能な限り結集して効果的な研究開発を実施する。

(2) 研究開発の運営管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有するNEDOは、経済産業省および研究開発責任者と密接な関係を維持しつつ、プログラムの目的および目標、並びに、本研究開発の目的および目標に照らして適切な運営管理を実施する。具体的には、必要に応じて設置される技術検討委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる他、四半期に一回程度プロジェクトリーダー等を通じてプロジェクトの進捗について報告を受けること等を行う。

3. 研究開発の実施期間

本研究開発の期間は、平成18年度から平成22年度までの5年間とする。

4. 評価に関する事項

NEDOは、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義ならびに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による研究開発の中間評価を平成20年度、事後評価を平成23年度に実施する。また、中間評価結果を踏まえ必要に応じてプロジェクトの加速・縮小・中止等見直しを迅速に行う。なお、評価の時期については、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況等に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

5. その他の重要事項

(1) 研究開発成果の取扱い

①共通基盤技術の形成に資する成果の普及

得られた研究成果のうち、下記共通基盤技術に係る研究開発成果については、NEDO、実施者とも普及に努めるものとする。

- a) 実現手法の確立、体系的整理
- b) 新たな特性データの取得・整備
- c) 試験・評価方法、ツールの提供
- d) 標準（デファクトスタンダードを含む）への提案、取得

②知的基盤整備事業又は標準化等との連携

得られた研究開発の成果については、知的基盤整備または標準化等との連携を図るため、データベースへのデータの提供、標準情報（TR）制度への提案等を積極的に行う。

③知的財産権の帰属

委託研究開発の成果に関わる知的財産権については、「独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構新エネルギー・産業技術業務方法書」第26条の規定等に基づき、原則として、すべて委託先に帰属させることとする。

④成果の供試・開示の報告

本研究によって得られたあらゆる知的財産、また本研究の過程または成果に基づき開発したプログラム、サンプルもしくは装置などの成果物について、本プロジェクト外（国内外）への供試・開示については、事前にプロジェクトリーダーとNEDOに連絡する。その際に、NEDOが申請書の提出を求めた場合は、これに応じ速やかに提出する。

(2) 基本計画の変更

NEDOは、研究開発内容の妥当性を確保するため、社会・経済的状況、内外の研究開発動向、政策動向、プログラム基本計画の変更、第三者の視点からの評価結果、研究開発費の確保状況、当該研究開発の進捗状況等を総合的に勘案し、達成目標、実施期間、研究開発体制等、基本計画の見直しを弾力的に行うものとする。

(3) 根拠法

本プロジェクトは、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第15条第1項第1号に基づき実施する。

6. 基本計画の改訂履歴

(1) 平成18年3月、制定。

(2) 平成18年6月、研究開発責任者（プロジェクトリーダー）の決定に伴い改訂。

(3) 平成20年7月、イノベーションプログラム基本計画の制定により、「(1) 研究開発の目的」の記載を改訂。

(4) 平成21年7月、プロジェクトリーダーの変更に伴い改訂。

(別紙)

研究開発項目①「カーボンナノチューブ量産化技術開発」

1. 研究開発の必要性

カーボンナノチューブは、ナノマテリアルの代表的素材であり、従来素材が持たない新しい機能を持った炭素系材料である。高配向性を有した単層カーボンナノチューブの開発は、基盤的なマテリアルプロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタへの応用は、ナノテク・部材イノベーションプログラムの産業化展開の代表的な成果になると期待される。電気二重層キャパシタが高いエネルギー密度を達成するには電極表面積が大きいことが必須であるが、高配向性を有した長尺(10mm)の単層カーボンナノチューブ構造体は、これまでのカーボンナノチューブでは類を見ない大きな表面積を持ち、カーボンナノチューブの配向制御により革新的な高エネルギー密度化が可能である。また、粉体成型によって作製される活性炭電極のような接触抵抗が無いため、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることができる。これは蓄電デバイスとして高いパワー密度を達成可能であることを示し、この点においてカーボンナノチューブ電極は活性炭電極に対し明らかに優れており、これにより、高出力かつ高エネルギー密度の電気二重層キャパシタを開発する。

2. 研究開発の具体的内容

単層カーボンナノチューブの直径、長さの制御技術、高効率合成技術を開発し、キャパシタ応用に最適な高純度で高配向性を有した長尺の単層カーボンナノチューブ構造体の大量合成技術の開発を行う。

3. 達成目標

具体的な達成目標として、グラフェンシート構造で構成される以下のナノカーボン類の構造制御・量産技術を確立する。

(中間達成目標)

- ①グラフェンシート構造で構成され、層の数が1層で、外径が1nm～5nmの配向した単層カーボンナノチューブを生成する技術を開発する。生成物の比表面積が $1,200\text{m}^2/\text{g}$ 以上、触媒・担持体含有率0.01%以下、かつ生成物全重量に占めるカーボンナノチューブの重量98%以上。高配向性を有したカーボンナノチューブ構造体の高さ(長さ)が5mm以上。
- ②高配向性を有し高密度化された単層カーボンナノチューブ構造体を作製する技術を開発する。イオンが通過できるナノスケールのメソポアを確保しつつ、単層カーボンナノチューブの間隔を制御する。かさ密度 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、もしくはカーボンナノチューブ充填率75%以上であること。
- ③単層ナノチューブの側面、端面の開口等によって、上記②を満たし、かつ比表面積 $2,000\text{m}^2/\text{g}$ 以上の単層カーボンナノチューブ構造体を開発する。
- ④成長効率(生成物/触媒重量比)100,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率10%以上、生産速度 $0.03\text{g}/\text{h}\cdot\text{cm}^2$ 、もしくは $100\text{g}/\text{日}$ の生産量以上の合成技術を開発する。

(最終達成目標)

- ①中間目標①のスペックを満たし、かつ、カーボンナノチューブ構造体の高さ（長さ）が10mm以上の単層カーボンナノチューブを生成する技術を開発する。
- ②成長効率（生成物/触媒重量比）200,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率10%以上、生産速度0.06g/h・cm²以上、もしくは1,000g/日の生産量の合成技術を開発する。
- ③カーボンナノチューブの高密度化技術、開口技術、成型技術、化学修飾等を組み合わせ、キャパシターの電極に適したナノカーボン材料を作製する。

研究開発項目②「カーボンナノチューブキャパシタ開発」

1. 研究開発の必要性

カーボンナノチューブ、とりわけ単層カーボンナノチューブは、表面積が大きい一枚のグラフェンの両側の面を全て使うことが理論上可能な、キャパシタ電極としてきわめて理想的な材料である。しかも、高速な電子伝導が可能な材料であることから、キャパシタ用電極材料としてこれまで使われてきた活性炭電極では困難であった高エネルギー密度化が可能となる。

しかし、カーボンナノチューブを電極材料として高性能なキャパシタデバイスを製造するには、解決しなくてはならない多くの課題がある。キャパシタデバイスの作製で最も重要となる電極体積占有率の向上やセル抵抗の低減には、カーボンナノチューブ電極の高密度化や、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能をもった新規材料に最適なデバイス構造設計技術の開発が必須となる。

2. 具体的内容

高密度、高純度、高配向性を有するカーボンナノチューブは、比表面積あたりの電気容量が活性炭より大きく、高エネルギー密度の電極材料となる可能性を有している。このカーボンナノチューブを大容量キャパシタに用いるために、キャパシタ製造技術（集電体、電極圧縮高密度化、電極接合、電流引出に関する技術）を開発し、その特性を評価する。これらの技術を基に良好なサイクル特性を維持し、かつ、高いエネルギー密度とパワー密度を有するキャパシタを開発する。さらに、コンポジット電極活物質の添着技術や高密度充填技術によりさらに高いエネルギー密度を持つ電極を作製する。

3. 達成目標

(中間達成目標)

- ① 15Wh/kgのエネルギー密度、10kW/kgのパワー密度を持つキャパシタをデバイスレベルで開発する。
- ② キャパシタ素子の電極体積占有率を50%以上にする。
- ③ 作動電圧3V以上のキャパシタ素子を開発する。

(最終達成目標)

- ① 20Wh/kgのエネルギー密度、10kW/kgのパワー密度を持ち、寿命15年を有するキャパシタをデバイスレベルで開発する。
 - ② キャパシタ素子の電極体積占有率を90%以上にする。
 - ③ カーボンナノチューブ/集電体界面と電極引出部の抵抗を低減させ、時定数を2.0 Ω F以下にする。
 - ④ 電極活物質の高密度充填により、コンポジット電極内の活物質充填率を80%にする。
- 最終達成目標②、④の技術により高エネルギー密度化が、最終達成目標③の技術より高パワー密度化がそれぞれ期待でき、これらにより最終達成目標①を達成する。

カーボンナノチューブ (CNT) (ナノマテリアル)

技術解説

カーボンナノチューブ (CNT) は、1991年飯島澄男氏 (当時NEC研究所) によって発見された、炭素原子の6員環ネットワークにより形成される直径1~100nm程度の構造が形成された物質で、高い軽量性 (アルミニウムの約半分の重量)、高機械強度 (鉄鋼の約20倍の強度)、高弾性力、高電流密度耐性 (銅の100倍以上)、高热伝導性 (銅の5倍以上) などの特性を持ち、構造材や配線材料、センサーやアクチュエータ部品などへの用途が期待されている。

また、CNTはその直径と螺旋度 (カイラリティ) によって導電性が異なる。単層CNTはその巻き方によって大きく、アームチェア型、ジグザグ型、カイラル (螺旋) 型に分類される。アームチェア型は導体、ジグザグ型とカイラル型はその構造によって導体にも半導体にもなるため、トランジスタのチャネルなどへの用途も考えられている。

CNTの代表的な作り方 (合成法) には、アーク放電法、レーザー蒸発法、化学的気相成長法の3つがある。

・アーク放電法:

2本の炭素電極に高電圧をかけアーク放電し、陰極側に堆積物中に多層CNTを生成する。効率はまだ良くないが、多層CNTの製造に適している。

・レーザー蒸発法:

触媒を混ぜた炭素に強いレーザー光をあてると、気化した炭素と触媒が反応し単層CNTが得られる。効率はまだ良くないが純度の高い単層CNTが得られる。

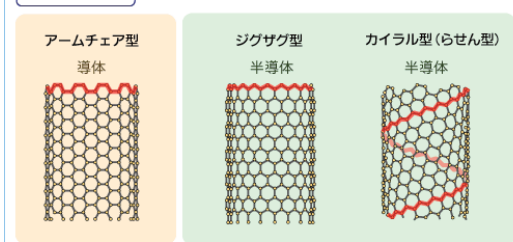
・化学的気相成長法:

炭素を含むガスと金属触媒を高温状態で化学反応させ、CNTを生成する。大量生産や向きを揃えることに向いている。CNTを単体で生成する気相流動法の場合はCNTの質はあまり高くない。

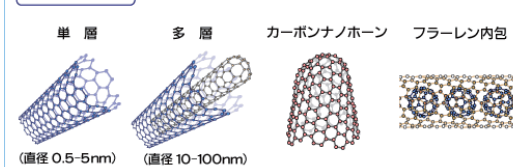
実用化の例

- ・ 走査型原子間顕微鏡の片持ち梁の突起先端部: 長寿命化、高解像度化
- ・ Liイオン2次電池電極の添加剤: 電池の長寿命化
- ・ テニスラケットのフレーム・シャフト素材: 反発力の向上

巻き方 (構造)



バリエーション



CNTの分類 (出典: NEDOホームページ)

研究開発課題

(1) 量産化・低価格化

収率、成長効率の向上による量産化、低価格化が課題である。高効率な生成法としては、(独)産業技術総合研究所で開発されたスーパーグロース法などがある。また、大手企業、ベンチャー企業が独自の技術をベースにした量産体制を整えている。

(2) 用途に耐える品質制御

高純度化、高結晶性化などにより用途に耐えうるCNT材料の開発が課題である。スーパーグロース法による高純度のCNTの生成、化学的気相成長法時にホウ素を添加することにより高い電気伝導度のCNT生成方法 (独)物質・材料研究機構が開発されている。

(3) 構造制御

分散化、位置、カイラリティ、伝導性などの特性制御技術の課題が考えられている。界面活性剤によるナノチューブの孤立化 (複雑化低減)、DNAラッピング等の分散化技術の開発、バンド間発光測定によるCNT構造同定、単一カイラリティの分離合成などの研究開発が行われている。

(4) 加工技術の開発

各種デバイス部品に応じた加工技術の開発が課題である。現在、ナノ粒子触媒を使用したCNT配線化技術、インクジェット技術を用いたCNT塗布加工、CNTウエハーのリソグラフィー技術を用いた微細加工などの研究開発が行われている。

(5) 安全性評価

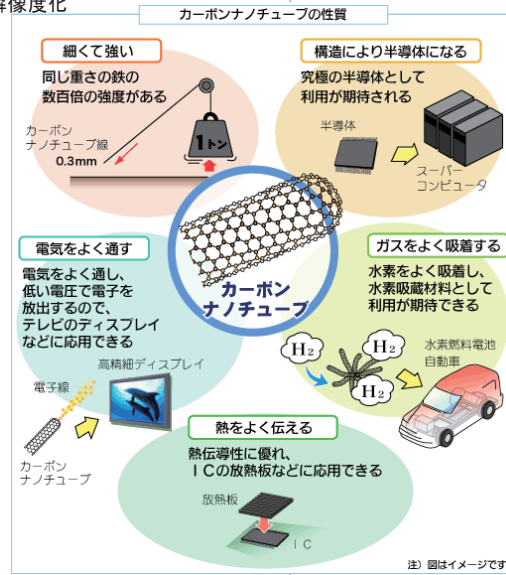
CNTの評価手法の確立、関連技術の標準化等が課題として考えられている。

当面は量産化、低コスト化が課題となる。将来的には、収量・品質、構造を同時に制御できることが目標とされている。

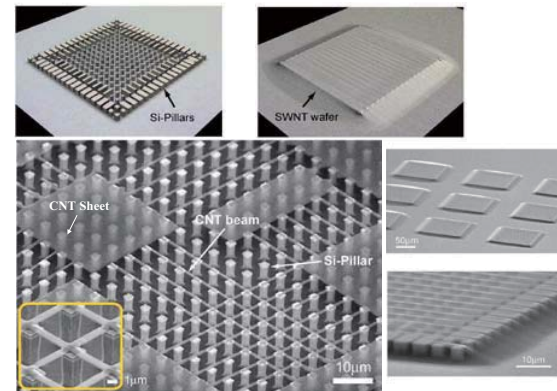
我が国の競争力

CNTは日本で発見されたが、近年まで国外で研究開発がすすんでいた。最近では、分離・精製や製造技術の開発など、材料開発の分野を中心に日本が世界に先行している。

【参考: 平成18年度特許出願動向調査報告書 (特許庁)】



CNTの性質と応用イメージ (出典: NEDOホームページ)



Siピラー上のCNTビーム (針) の加工 (出典: (独)産業技術総合研究所)

カーボンナノチューブ (CNT) (ナノマテリアル)

研究開発シナリオ

(1) 量産化・低価格化

- 高速・高収量製造技術の開発
- 品質・量産化の両立
- 構造、品質・量産化を同時に制御

(2) 用途に耐える品質制御

- 形状および形状分布の最適化
- 高純度化
- 高結晶化
- 高伝導カーボンナノチューブ

(3) 構造制御

- 分散化・独立化・脱バンドル
- 位置の制御
- 方向の制御
- 本数の制御
- 直径の制御
- カイラリティ制御
- 伝導性制御
- 配向制御
- チャンネル高密度化
- 多層化

(4) 加工技術の開発

- CNT分散化
- ナノ粒子触媒を使用したCNT配線化技術開発
- ナノコンポジット化
- カーボンLSI技術の開発
- 表面化学修飾技術
- 半導体加工とナノチューブの融合
- ナノレベルでの加工・欠陥制御
- CNT多数本並列化

(5) 安全性評価

評価手法の開発

CNT関連技術の標準化

2010

2015

2020

2030

2Q50

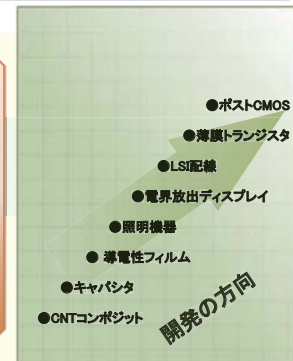
IT・情報通信

- 大規模伝導性コンポーネント
CNTの添加により高電導性の樹脂を実現
- 導電性フィルム
CNTの添加により高電導性の樹脂を実現
- キャパシタ
CNTを用いて高出力かつ高エネルギー密度化を実現
- Liイオン電池 (電極材料)
電極材として用い、パワーを増大化を実現
- 燃料電池用電極触媒
触媒電極に利用することにより触媒を高効率し、高出力の燃料電池を実現
- 照明機器
CNTを電界放出源に利用した照明機器。低コスト、高輝度、長寿命を実現
- LSI配線
CNTをLSIの配線材料として用いることにより、高電流密度耐性を実現し、LSI微細化に伴う電流密度の増加に対応。
- 電界放出ディスプレイ
CNTを電界放出源に利用したディスプレイ。低コスト、高輝度、長寿命を実現
- 自動車、飛行機等の構造材
構造材に用いることにより、軽量、高強度化を実現
- 薄膜トランジスタ
トランジスタの素材にCNTを利用し、フレキシブルなシート状のトランジスタを実現
- ポストCMOS
伸縮自在、プリント加工可能なロジックICの実現により、各種機器の小型化、携帯化を実現
- ロボット部材 (人工筋肉、センサー)
CNTの高伝導性、高機械強度を利用した人工筋肉やセンサーの実現
- 宇宙エレベータ
CNT繊維を用いた超軽量、超高強度な構造材の実現により、宇宙空間と地上をつなぐエレベータの実現し、宇宙への輸送コストを大幅に減少

ライフサイエンス

- 生体適合材料
CNTの毒性評価、制御による生体材料への応用
- ドラッグデリバリシステム
- バイオセンサー
CNTの高伝導性を利用し、高感度なバイオセンサーの実現

実用化シナリオ



ランダム 配向/制御

CNT開発の方向

(出典: (独)産業技術総合研究所)

事前評価書

	作成日		平成18年1月27日
1. 事業名称 (コード番号)	カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト		
2. 推進部署名	ナノテクノロジー・材料技術開発部		
3. 事業概要	<p>(1) 概要</p> <p>キャパシター（蓄電部材）の電極材料として活性炭に代わりカーボンナノチューブを用いることにより、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることを可能にする。また、高密度、高純度、高配向性のカーボンナノチューブは、比表面積当たりの電気容量が活性炭より大きく、高エネルギー密度の電極材料となる可能性を有している。これらの特性を利用し、キャパシタの需要に求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタを開発する。そのために、高配向性の長尺単層カーボンナノチューブの大量合成技術の開発及び本カーボンナノチューブを用いたキャパシタ製造技術の開発を実施する。これにより、プリンタ・コピー機用余熱電源、フォークリフト・電車用電源等の耐久性が要求されるキャパシタ需要に対応し、省エネルギー効果を上げる。また、カーボンナノチューブの大量合成技術の開発を実施することにより、カーボンナノチューブ製造のコストダウンも実施する。</p> <p>(2) 事業規模：総事業費 20億円 (平成18年度事業費：3億円)</p> <p>(3) 事業期間：平成18年度～22年度（5年間）</p>		

4. 評価の検討状況

(1) 事業の位置付け・必要性

①事業事態の必要性

カーボンナノチューブは、ナノ材料の代表的素材であり、従来素材が持たない新しい機能を持った炭素系材料である。高配向性を有した単層カーボンナノチューブの開発は、基盤的な材料プロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタへの応用は、ナノテクノロジープログラムの産業化展開の代表的な成果になる観点からも必要である。

また、本事業はナノテクノロジー技術戦略マップの自己組織化分野において、カーボンナノチューブを用いたキャパシタ開発の技術要素として、その重要性が挙げられている。

②上位政策との関係からみた位置付け

ナノテクノロジープログラムの目的である、情報通信、環境、エネルギー、医療等のさまざまな産業分野に革新的進歩をもたらすナノテクノロジーによる基盤技術の構築及び革新的産業技術による国際競争力の強化を達成するために実施するものである。これによりナノテクノロジーを産業化するための基盤技術（ナノ材料・プロセス、ナノ加工・計測技術等）を確立し、ナノテクノロジー材料の実用化を目指す。

(2) 研究開発目標の妥当性

<目標>

従来の活性炭を電極に用いたキャパシタに代わり、カーボンナノチューブを用いた高性能キャパシタを開発する。キャパシタの目標は、耐久性のあるエネルギー密度が 20Wh/kg 以上のキャパシタを開発する。この目標を達成するために、以下のカーボンナノチューブ量産化技術開発、カーボンナノチューブキャパシタ開発を実施する。

・カーボンナノチューブ量産化技術開発

単層カーボンナノチューブの直径、長さの制御技術、高効率合成技術を開発し、キャパシタ応用に最適な高純度で高配向性を有した長尺の単層カーボンナノチューブ構造体の大量合成技術の開発を行う。具体的な達成目標として、グラフェンシート構造で構成される以下のナノカーボン類の構造制御・硫酸技術を確立する。

(中間達成目標)

①グラフェンシート構造で構成され、層の数が1層で、外形が1nm～5nmの単層ナノチューブを生成する技術を開発する。生成物の比表面積が1,200m²/g以上、触媒・担持体含有率0.01%以下、かつ生成物全重量に占めるカーボンナノチューブの重量98%以上。高度に配列したカーボンナノチューブ構造体の高さ(長さ)が5mm以上。

②高配向性を有し高密度化された単層カーボンナノチューブ構造体を作製する技術を開発する。イオンが通過できるナノスケールのメソポアを確保しつつ、単層カーボンナノチューブの間隔を制御する。かさ密度0.5g/cm³以上、もしくはカーボンナノチューブ充填率75%以上であること。

③単層ナノチューブの側面、端面の開口等によって、上記②を満たし、かつ比表面積2,000m²/g以上の単層カーボンナノチューブ構造体を開発する。

④成長効率(生成物/触媒重量比)100,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率が10%以上、生産速度0.03g/h・cm²、もしくは100g/日の生産量以上の合成技術を開発する。

(最終達成目標)

①中間達成目標①を満たし、かつ、カーボンナノチューブ構造体の高さ(長さ)が10mm以上の単層ナノチューブを生成する技術を開発する。

②成長効率(生成物/触媒重量比)200,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率が10%以上、生産速度0.06g/h・cm²、もしくは1,000g/日の生産量以上の合成技術を開発する。

③カーボンナノチューブの高密度化技術、開口技術、成形技術、化学修飾等を組み合わせ、キャパシタの電極に適したナノカーボン材料を作製する。

・カーボンナノチューブキャパシタ開発

上記のカーボンナノチューブ構造体を用いて、良好なサイクル特性を維持し、かつ、高いエネルギー密度とパワー密度を有するキャパシタを開発する。さらに、コンポジット電極活物質の添着技術や高密度充填技術によりさらに高いエネルギー密度を持つ電極を作製する。具体的な達成目標として、以下を達成する。

(中間達成目標)

①15Wh/kgのエネルギー密度、10kW/kgのパワー密度を持つキャパシタをデバイスレベルで開発する。

②キャパシタ素子の電極体積占有率を50%以上にする。

③作動電圧3V以上のキャパシタ素子を開発する。

(最終達成目標)

①20Wh/kgのエネルギー密度、10kW/kgのパワー密度を持ち、寿命15年を有するキャパシタをデバイスレベルで開発する。

②キャパシタ素子の電極体積占有率を90%以上にする。

③CNT/集電体界面と電極引出部の抵抗を低減させ、時定数を2.0ΩF以下にする。

④電極活物質の高密度充填により、コンポジット電極内の活物質充填率を80%にする。

最終達成目標②、④の技術により高エネルギー密度化が、最終達成目標③の技術より高パワー密度化がそれぞれ期待でき、これらにより最終達成目標①を達成する。

<妥当性>

カーボンナノチューブを用いたキャパシタは、耐久性が要求され、実現性が高いプリンタ・コピー機用余熱電源、フォークリフト・電車用電源等に活用され、今後、極めて大きな市場が見込まれ、我が国の産業競争力の強化に大きく貢献するものと考えられる。したがって国が主導と成って事業を行う必要性があり、本目標は妥当である。

(3) 研究開発マネジメント

公募を行い最適な研究開発体制を構築する。基盤技術を確立し、ユーザーを垂直連携に参加させ、実用化までの加速を計る。

プロジェクト開始後3年目に中間評価を予定しており、その評価結果を踏まえ事業全体について見直しを行うことを想定している。

(4) 研究開発成果

高性能キャパシタの開発により耐久性が要求されるプリンタ・コピー機用余熱電源、フォークリフト・電車用電源等を作製し、省エネルギーを実現する。

(5) 実用化・事業化の見通し

本事業総額20億円の投資に対して、その後の民間企業の自社資金の開発により実用化がされれば、2015年度にプリンタ・コピー機用の余熱電源、フォークリフト・電车用電源等として500億円の市場が見込まれる。

(6) その他特記事項

①経済産業省産業構造審議会産業技術分科会研究開発小委員会（H17年5月）で策定された技術戦略マップに、CNTスーパーキャパシタへの応用が重要技術として位置付けられている。また、H16年度NEDO調査報告「炭素系材料に係わる技術開発課題に関する調査」（H17年3月）において、炭素材料学会員300名に対して、アンケート調査がなされ、回答者の60%以上が、7年以内に実用可能な炭素系材料として、カーボンナノチューブを上げ、NEDOが研究開発事業として取り組むべき炭素材料としてカーボンナノチューブ製造とその応用が取り上げられている。そして、大学、公的機関、民間企業等からの26者のインタビューの結果、13件の技術開発課題候補が上げられ、その中に本提案のカーボンナノチューブ製造技術が、有望な技術として取り上げられている。

②カーボンナノチューブ量産化技術開発、カーボンナノチューブキャパシタ開発を実施する過程で得られた基礎技術の蓄積を進めていく。

5. 総合評価

NEDOの実施する事業として適切であると判断する。

「カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト基本計画（案）」に対するパブリックコメント募集の結果について

平成18年2月24日
NEDO技術開発機構
ナノテクノロジー・材料技術開発部

NEDO POST 3において標記基本計画（案）に対するパブリックコメントの募集を行いました結果をご報告いたします。
みなさまからのご協力を頂き、ありがとうございました。

1. パブリックコメント募集期間

平成18年2月16日～平成18年2月21日

2. パブリックコメント投稿数＜有効のもの＞

計0件

以上

【カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト用語説明】

ア行

in situ	ラテン語。in the site, in the place、その場観察の意。反応時の状態を外場の擾乱を少ない状態で観察する事は非常に有益な情報をもたらす。
エネルギー密度	電池やキャパシタにおいて、単位質量あるいは単位体積あたりに取り出せるエネルギーのこと。Wh/kg（ワットアワーパーキログラム）または Wh/L（ワットアワーパーリットル）で表す。前者は重量エネルギー密度、後者は体積エネルギー密度。
ウェットプロセス	触媒粒子を含む溶液を塗布して触媒薄膜を作製する法

カ行

活性炭	多孔質構造の発達した炭素材料であり、電子材料、吸着剤、触媒担体として工業材料へ応用されている。電気二重層キャパシタの電極材料に使用される活性炭は主に、比表面積が高く、電気化学的に安定なものが用いられる。
キャパシタ	静電的に電気を貯める蓄電デバイスの総称。各種コンデンサや電気二重層キャパシタが含まれる。近年、日本では、各種コンデンサは「コンデンサ」と呼び、電気二重層キャパシタを単に「キャパシタ」と呼ぶことが主流となりつつある。
グラフェン	炭素から成る元素鉱物。六方晶系（結晶対称性は、P63/mmc）、六角板状結晶。構造は、亀の甲状の層状物質で厚さが原子一個分しかない単一層となったもの
コンポジット電極	二種類以上の電荷貯蔵材料を複合させて作られる電極の総称。本プロジェクトでは SWCNT とその他の電極物質との複合電極を指す。
コンポジット電極物質	コンポジット電極の構成材料。

サ行

SWCNT	Single Wall Carbon Nanotube:単層カーボンナノチューブ。ナノチューブ参照。
CVD	化学蒸着法、気相成長法などともよぶ。エチレン等の炭化水素の気体を基板上に流し、自己分解、酸化、還元等の化学反応を利用したカーボンナノチューブ合成方法。
スーパーグロース合成技術	通常のCVD法に極微量PPMオーダーの水分を添加することにより発現する成長モードを総称し、このスーパーグロース技術を用いると通常は数秒しか活性を示さない触媒が数十分に渡り活性を示し、極微量の触媒から大量の単層カーボンナノチューブを合成することができ、本方法の単層カーボンナノチューブは高い比表面積を示すことが特徴。
セパレータ	電池やキャパシタの正極と負極の間にはさみ、電気的接触を防ぐ部材。
セル	電極、電解液、など電気化学測定を行うための構成一式のこと。キャパシタ試験用のテストキャパシタのこともセルと呼ばれる。
集電体	電池やキャパシタの電極活物質層と外部端子とを電気的に接合させるための部材。電極に密着させて電気的導通を取る。

タ行

単層カーボン(SWCNT)ナノチューブ構造体	基板上に垂直に配向した単層カーボンナノチューブの集合体
単層カーボンナノチューブ(SWCNT)ペーパー	単層カーボンナノチューブのシート。単層カーボンナノチューブ粉体を用いて紙すきにより作製する。
電解液	電解質塩と溶媒で構成される液。キャパシタでは、正極、負極間の電荷移動を担う。
電極接合技術	単層カーボンナノチューブ構造体や単層カーボンナノチューブペーパーと集電体とを接合する技術。
電極活物質	電極部材のなかで、実際に電気を蓄える物質のこと。キャパシタでは活性炭やカーボンナノチューブがこれにあたり、レドックスキャパシタでは導電性ポリマーや金属酸化物がこれにあたる。
電極活物質モノマー	重合すると導電性ポリマーとなり、電極活物質になるもの。
電気二重層キャパシタ	電極と電解液との界面に形成される電気二重層(イオンが配列した層)への蓄電現象を利用した蓄電デバイス。
電力回生システム	本来ロスしてしまう機械エネルギーを電気エネルギーとして蓄え、再利用するシステム。大幅なエネルギー効率向上が可能となる。

ナ行

ナノマテリアル	大きさを示す3次元のうち少なくとも一つの次元が100nmよりも小さいナノ粒子
ナノ構造	1~1000ナノメートル(10億分の1メートル)程度の微細な構造。ナノチューブ、フラーレン、量子井戸、量子細線などはナノ構造を有する。
ナノチューブ	カーボンナノチューブの場合はグラファイトシートが管状に丸まったもの。先端部はsp ² 以外の結合も含まれる。1991年飯島澄男氏が発見。単層ナノチューブは径1~2nm、多層ナノチューブは径数十nm。炭素以外の原子から構成されたナノチューブも発見されている。
二次電池	充電により再使用可能な電池。蓄電池。

ハ行

フォレスト	単層カーボンナノチューブ構造体：基板上に垂直に配向した単層カーボンナノチューブの集合体
パワー密度	出力密度とも言う。電池やキャパシタにおいて、単位質量あるいは単位体積あたりに取り出せる出力電力のこと。kW/kg(キロワットパーキログラム)またはkW/L(キロワットパーリットル)で表す。前者は重量パワー密度、後者は体積パワー密度と称する。

マ行

メソポア	細孔
------	----

ヤ行

ラ行

ラマン分光	物質の格子振動は量子化されて赤外光吸収される。選択則は赤外吸収とは相補的であるが、単色レーザー光を入射したときは非弾性散されたラマンシフトとして観測される。共鳴効果によるシグナル増強など物質同定の基本技術として確立されている。
ラミネートセル	ラミネートフィルム(アルミやポリマーからなるフィルムで、熱により封止できるフィルム)により封止したキャパシタ試験用セル。
レドックス反応	電気化学的に可逆的な酸化・還元反応のこと。導電性ポリマー電極など、レドックス反応を蓄電メカニズムとしたキャパシタをレドックスキャパシタと呼ぶ。

ワ行

数字、アルファベット

I. 事業の位置付け・必要性について

1. NEDO の関与の必要性・制度への適合性

1. 1 NEDO が関与することの意義

本プロジェクトは、第 3 期科学技術基本計画の分野別推進政策のナノテクノロジー・材料分野、エネルギー分野、ものづくり分野の 3 分野で、重要な研究開発課題と位置づけられている。

ナノテク・材料分野では、重要な研究開発課題未普及なエネルギー利用を具現化する材料技術として、高品質で低価格の単層カーボンナノチューブ（カーボンナノチューブ、以下「CNT」と略記する）の合成技術が上げられているほか、ものづくり分野では、重要な研究開発課題「世界をリードする高付加価値材料を生み出すものづくり技術」としても期待されている。

さらに、資源エネルギー庁総合部会「エネルギー技術戦略の基本的考え方」の電力貯蔵技術（蓄電池）において次世代型電力貯蔵技術開発の重要技術として位置づけられ、省エネルギー技術開発プログラムの実施テーマとして選定されている。

本プロジェクトは「ナノテクノロジープログラム基本計画」に沿って平成 18 年度に開始された。本プロジェクトの研究開発対象である CNT は、ナノメートルサイズの大きさの次元を持つナノカーボン材料で、1991 年の飯島博士による発見以来、世界的な研究開発の的となっている。CNT は、ナノマテリアルの代表的素材であり、従来素材に無い新しい機能を持った炭素系材料である。高度に配列した単層 CNT の開発は、基盤的なマテリアルプロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタ（蓄電部材）への応用は、ナノテクノロジープログラムの産業化展開の代表的な成果になる観点からも必要である。

CNT の研究開発は世界的に激しい競争状態にあり、これに勝ち抜いて我が国産業の競争強化につなげるためには、早期の目標達成が不可欠である。また、最新の物質科学の成果に基づき、新物質を産業化するためには、リスクかつ基礎的な研究開発が要求されるため、民間企業単独の実施は困難なものがある。さらに、産業・社会への波及効果が大きく、多分野への応用が期待される共通基盤技術であることから、総合的な研究開発を産官学連携のもとに推進することが必要である。

これらの課題を克服するために、NEDO が国の資金を活用して産学官の研究機関を取りまとめて集中的に研究開発を行うことが最も有効であり、NEDO が関与する意義は大きいと考えられる。本テーマの意義は以下の通りである。

- ① 高い技術力を持った個々の研究機関を取りまとめることにより、相乗的な効果が生まれ、集中的・効率的な研究開発の推進が可能となる。
- ② 異業種連携体制をとることにより、実用化のニーズを研究開発に的確に反映させ

ることができる。

- ③ 集中的な資金投入により、短期間での目標達成が可能となる。

また、経済産業省の施策に対する適合性については、以下の点が挙げられる。

- ① CNTの研究開発には、ナノメーター領域における合成、機能制御及び計測のナノテクノロジーが必要であり、「ナノテクノロジープログラム基本計画」のキーテクノロジーに合致している。
- ② 事業化を目標として、キャパシタに適したCNTの量産技術の開発と、それを用いた高性能キャパシタの開発を進めている。

本テーマは、CNTの優れた特性による新しい材料を開発しキャパシタの開発を目標としているが、研究開発が遅れることにより、海外企業により成された場合の我が国の利益損失は、多大なものになると予想される。また、キャパシタは、様々な分野での省エネルギー性が高いことから、NEDOが関与して国が推進する意義は大きい。

1. 2 実施の効果（費用対効果）

本プロジェクトは出口製品としてCNT構造体の特性を最も有利に引き出せるキャパシタを設定している。このキャパシタだけでも、リチウムイオン電池やニッケル水素電池と共に蓄電デバイスとして、その市場規模は、平成22年で6,700億円という富士経済の予測があるが、CNTはその特異な性質によって、その応用の可能性は広く、ユビキタス社会の到来に対して、エレクトロニクス産業、エネルギー産業に対しての多大な貢献をもたらすものとする。

CNT構造体キャパシタは、電荷メドイーターの物理吸着による蓄電機構を有する蓄電素子として、電極構造上理想的なものと言える。これにより発現する優れた入出力性能及び耐久性と鉛蓄電池並みのエネルギー密度(20Wh/kg)は、従来の蓄電池やキャパシタでは不可能であった多くの電気・電子機器のピーク電力の平準化に応用することができる。このことは、あらゆる機器の小型化・省エネルギー化に広く貢献する可能性を有する。

キャパシタは、瞬間的な電力の入出力が可能である(高出力密度)という特性から、コピー機の瞬時立ち上げのためのハイパワー電源として実用化され、待機電力カットによる省エネルギー効果がすでに実証されている他、今後特にハイパワー用途の電力回生システムへの適用による省エネルギー効果が見込めるため、市場拡大が大きく期待されている。

まず、コピー機・プリンター分野においては、現在は活性炭を電極としたキャパシタが用いられているが、本プロジェクトの成果であるCNTを用いたキャパシタによるコンパクト化で、小型コピー機やオフィスプリンタの新規市場が開拓される。コピー機の寿命は5年、オフィスプリンタの寿命は3年程度であるので、平成27年にCNTキ

ャパシタを搭載したコピー機・オフィスプリンタが市場に投入され、既存のものを置き換えると仮定すると、コピー機へのキャパシタ搭載による待機電力カットでの省エネ効果は平成 32 年以降 11 万 kL/年となる。同様に、プリンタの省エネルギー効果は平成 32 年以降 18 万 kL/年となることから、コピー機・プリンター分野での省エネ効果は 29 万 kL/年となる。

一方、現在小型ショベルやフォークリフトなど比較的ハイブリッド化が容易な建機・運搬機器においてハイブリッドの実用化が進められているが、大型建機においては二次電池や現状のキャパシタではパワー不足のためハイブリッド化が困難である。油圧ショベル、建設用クレーンなどの大型建機のハイブリッド化は高い省エネルギー効果が見込まれるが、その普及台数は、平成 19 年で 40 台、平成 22 年でも 100 台と予想されており、現状での普及の進展は極めて遅い。高出力型の蓄電池として高性能な CNT キャパシタの出現により、大型ハイブリッド建機の市場規模の拡大が見込まれる。大型ショベルについて、ハイブリッド化による使用燃料の削減率が 65%であることが、すでに NEDO プロジェクトにより検討・実証されている。建機のサイズにより省エネ率も変化するので、40%を省エネ削減率として用い、高い省エネ効果を背景に 2030 年までに建機の 30%がキャパシタハイブリッド化されると仮定すると、65 万 kL/年の省エネ効果が見込まれる。

また、フォークリフトもハイブリッド化によって、およそ 20%の省エネ効果がある。現状、フォークリフトの保有台数はおよそ 100 万台である。高い省エネ効果を背景に 2030 年までにすべてのフォークリフトがキャパシタハイブリッド化されると仮定すると、導入率を 50%としても、30 万 kL/年の省エネ効果が見込まれている。

キャパシタの今後の市場の拡大は図 I-1 のように年率 27%の成長が見込まれるが、本キャパシタの実用化によりこれを加速させることが期待できる。また、このような高性能な蓄電素子の開発については製造技術確立に関して、わが国が主導的役割を担うことはこの蓄電素子を使用するわが国の電気・電子機器メーカーの国際競争力を高めることとなる。また、炭素材料及び有機材料のみで構成される電極を用いた本キャパシタは、使用後の廃棄による環境負荷が比較的小さいと言える。このような蓄電素子の普及は地球環境保全に広く貢献する可能性を秘めている。

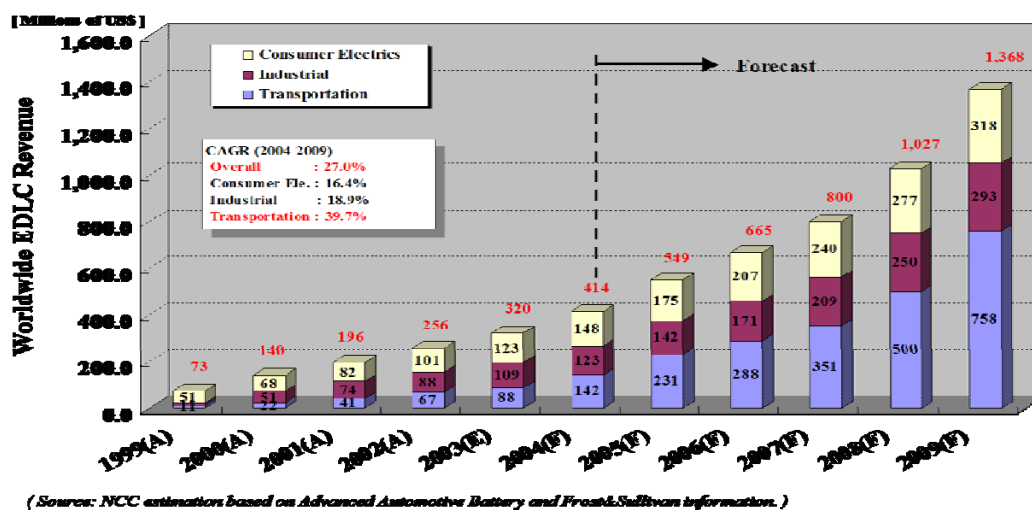


図 I-1 電気二重層キャパシタの市場規模予測

2. 事業の背景・目的・位置づけ

2. 1 事業の背景・目的

冒頭でも述べたように、本プロジェクトは、第3期科学技術基本計画の分野別推進政策のナノテクノロジー・材料分野、エネルギー分野、ものづくり分野の3分野で、重要な研究開発課題と位置づけられている。

ナノテク・材料分野では、重要な研究開発課題「未普及なエネルギー利用を具現化する材料技術として、高品質で低価格の単層CNTの合成技術が上げられているほか、ものづくり分野では、重要な研究開発課題「世界をリードする高付加価値材料を生み出すものづくり技術としても期待されている。

また、資源エネルギー庁総合部会「エネルギー技術戦略の基本的考え方」の電力貯蔵技術（蓄電池）においても次世代型電力貯蔵技術開発の重要技術として位置づけられており、本プロジェクトにおいて開発する高エネルギー密度のキャパシタは、携帯機器用の小型のものから実用化を推進し、中型品（プリンタ・コピー機用）の実用化を経て、建設機械等の大型キャパシタの開発へと進め、耐久性が要求される蓄電デバイス需要に対応し、省エネルギー化を推進する事が求められている。

本プロジェクトの研究開発対象であるCNTは、ナノメートルサイズの大きさの次元を持つナノカーボン材料で、1991年の飯島博士による発見以来、世界的な研究開発の的となっている。CNTは、ナノマテリアルの代表的素材であり、従来素材が持たない新しい機能を持った炭素系材料である。高度に配列したCNTの開発は、基盤的なマテリアルプロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタ（蓄電部材）への応用は、ナノテクノロジープログラムの産業化展開の代表的な成果になる観点からも必要である。

キャパシタの電極材料として活性炭に代わり CNT を用いることにより、粉体成型により製作された活性炭電極で起こるような接触抵抗を無くし、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることを可能にし、キャパシタに求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタを開発できる。そのために、高度に配向した長尺 CNT の大量合成技術の開発及び本 CNT を用いたキャパシタ製造技術の開発を実施する。これにより、プリンタ・コピー機用予熱電源、フォークリフト・電車で用電源等の耐久性が必要なキャパシタ需要に対応し、早期に省エネルギー効果を上げる事が可能になる。

2. 2 事業の位置づけ

本プロジェクトは、第 3 期科学技術基本計画の分野別推進政策のナノテクノロジー・材料分野、エネルギー分野、ものづくり分野の 3 分野で、重要な研究開発課題と位置づけられている。

蓄電デバイスとして、バッテリー（電池）とキャパシタがある。（表 I-1 の比較表を参照）電池は化学反応を利用して電気をため、その特徴として、たくさんの電気をためられ、鉛蓄電池、ニッケル水素電池、リチウム電池等がある。キャパシタとはコンデンサの別名で、電気を電子のまま蓄えるが、中でも「電気二重層キャパシタ」と呼ばれるキャパシタは、化学反応を利用せずに電気をため、短時間で電気の出し入れができる特徴を持ち、ハイパワー（高出力）、メンテナンスフリー（高サイクル寿命）、安全性に優れている。急速な放電が可能なることから、急速予熱のための電源として、現在、新規マーケットが開拓されており、待機電源が不要になることから、各種機器の省エネルギー化が可能になる。キャパシタは、リチウムイオン 2 次電池に比べ、急速な充放電が可能だが、蓄えられるエネルギーが少ない欠点がある。キャパシタ開発の最大の課題は、蓄えるエネルギーを増やす、すなわち高エネルギー密度化であるが、現状の活性炭電極では既に限界に達している。そこで、CNT を電極に用いたキャパシタの開発が期待されている。

表 I-1 キャパシタと 2 次電池との比較

	キャパシタ	2 次電池
充電時間	数十秒での充電も可能	数時間～数十分
充放電 サイクル寿命	数万回～数十万回以上	数百回～数千回程度
安全性	発火や発熱の危険性は比較的少ない	発熱や電解液の発火など危険性がある
パワー密度	数百～数 kW/kg	数百 W/kg
エネルギー密度	$10^0 \sim 10^1$ Wh/kg	$10^1 \sim 10^2$ Wh/kg
形状自由度	高い	低い

高エネルギー密度の電気二重層キャパシタは、携帯機器等用の小型のものから、コピー機、プリンターの予熱電源用の中型のもの、幅広い分野での省エネルギー化用途で広く使われる事が期待されている（図 I-2）。CNT キャパシタは、活性炭キャパシタに比べ、パワー密度、エネルギー密度で大きく凌駕し、これらの用途の性能要求を満たすと期待される。さらに、自動車・鉄道等の大型のものでは、回生電源としての用途の他、ハイパワーの蓄電デバイスを必要とするハイブリッド自動車用電源として、極めて大きな市場が見込まれ、省エネルギーに大きく貢献することが期待されている。

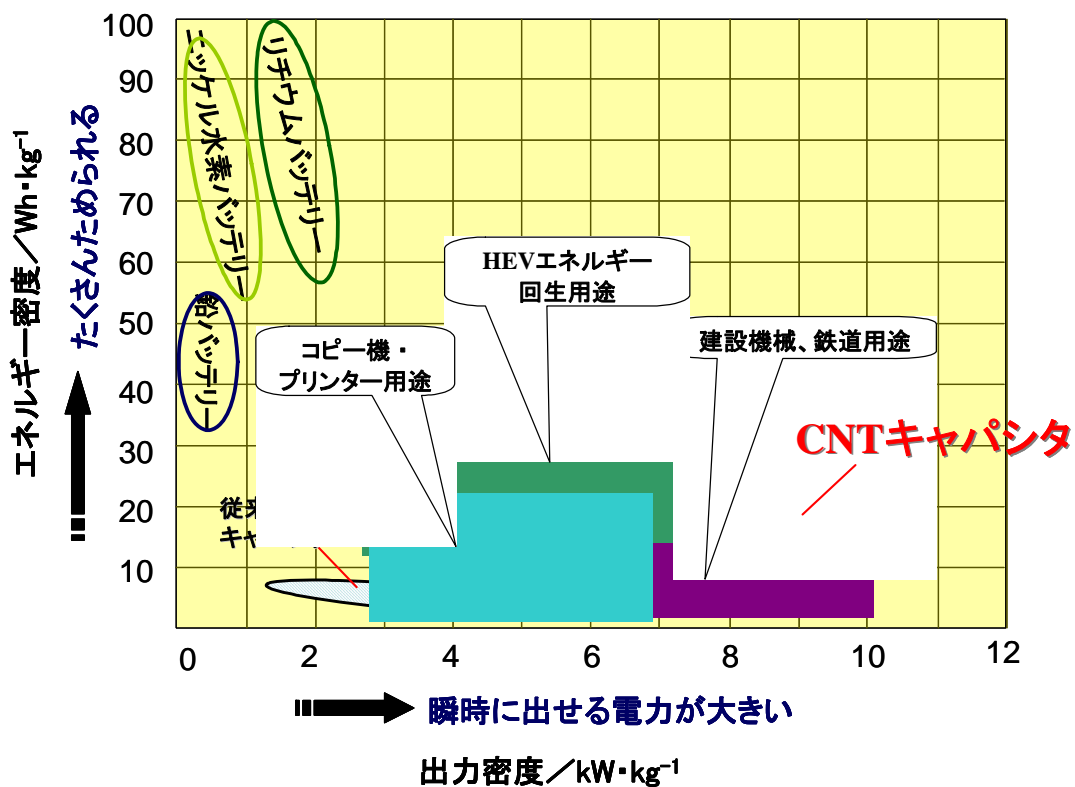


図 I-2 CNT キャパシタの性能と市場の要求

II. 研究開発マネジメントについて

1. 事業の目標

CNT は、ナノ材料の代表的素材であり、従来素材が持たない新しい機能を持った炭素系材料である。高配向性を有した CNT の開発は、基盤的な材料プロセスの開発であり、その構造・特性を生かしたキャパシタ（蓄電部材）への応用を目指す。キャパシタの電極材料として活性炭に代わり CNT を用いる事により、粉体成型により製作された活性炭電極のような接触抵抗を無くし、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることを可能にし、キャパシタの需要に求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタの開発が可能となる。そのために、高度に配向した長尺 CNT の大量合成技術の開発及び本 CNT を用いたキャパシタ製造技術の開発を目的とする。これにより、プリンタ・コピー機用予熱電源、フォークリフト・電車で用いられる等の耐久性が要求されるキャパシタ需要に対応し、省エネルギー効果を上げる事が期待される。

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目を実施する。

- ①CNT 量産化技術開発
- ②CNT キャパシタ開発

研究開発項目①CNT 量産化技術開発

革新的合成法であるスーパージョイント合成技術をコア技術とした単層 CNT（当該手法で得られる CNT を以下「SGCNT」と略記する）、スケールアップ・連続化・高効率化することにより、配向、長尺、高純度バルク SGCNT の工業的量产を目指す。

また、SGCNT の製造法のみならず、計測評価法も開発途上の段階にあり、産業応用やリスク評価のための障害となっている。そのために、SGCNT の質を客観的に評価する計測評価技術の開発を行う。

本課題における開発目標（中間・最終）は以下の通りである。

中間目標（平成 20 年度）

- ① グラフェンシート構造で構成され、層の数が 1 層で、外径が 1nm～5nm の配列した SGCNT を生成する技術を開発する。生成物の比表面積が 1200m²/g 以上、触媒・担持体含有率 0.01%以下、かつ生成物全重量に占める SGCNT の重量 98%以上。高度に配列した SGCNT 構造体の高さ（長さ）が 5mm 以上。
- ② 高度に配列し高密度化された SGCNT 構造体を作製する技術を開発する。イオンが通過できるナノスケールのメソポアを確保しつつ、SGCNT の間隔を制御する。かさ密度 0.5g/cm³ 以上、もしくは SGCNT 充填率 75%以上であること。
- ③ SGCNT の側面、端面の開口等によって、上記②を満たし、かつ比表面積 2000m²/g 以上の SGCNT 構造体を開発する。

- ④ 成長効率（生成物/触媒重量比）100,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率 10%以上、生産速度 $0.03\text{g/h}\cdot\text{cm}^2$ 、もしくは 100g/日 の生産量以上の合成技術を開発する。

最終目標（平成 22 年度）

- ① 中間目標①のスペックを満たし、かつ、SGCNT 構造体の高さ（長さ）が 10mm 以上の SGCNT を生成する技術を開発する。
- ② 成長効率（生成物/触媒重量比）200,000%以上、投入炭素原料に対する生成物収率 10%以上、生産速度 $0.06\text{g/h}\cdot\text{cm}^2$ 以上、もしくは 1000g/日 の生産量の合成技術を開発する。
- ③ SGCNT の高密度化技術、開口技術、成型技術、化学修飾等を組み合わせ、キャパシタの電極に適したナノカーボン材料を作成する。

研究開発項目②CNT キャパシタ開発

スーパーグロース法で作製された SGCNT 構造体を電極材料として、耐久性のある高エネルギー密度のキャパシタを開発する。CNT、とりわけ SGCNT は、表面積が大きい一枚のグラフェンの両側の面を全て使うことが理論上可能な、キャパシタ電極としてきわめて理想的な材料である。しかも、高速な電子伝導が可能な材料であることから、キャパシタ用電極材料としてこれまで使われてきた活性炭電極では困難な高性能化が可能となる。

本課題における開発目標（中間・最終）は以下の通りである。

中間目標（平成 20 年度）

- ① 15Wh/kg のエネルギー密度、 10kW/kg のパワー密度を持つキャパシタをデバイスレベルで開発する。
- ② キャパシタ素子の電極体積占有率を 50%以上にする。
- ③ 作動電圧 3V 以上のキャパシタ素子を開発する。

最終目標（平成 22 年度）

- ① 20Wh/kg のエネルギー密度、 10kW/kg のパワー密度を持ち、寿命 15 年を有するキャパシタをデバイスレベルで開発する。
- ② キャパシタ素子の電極体積占有率を 90%以上にする。
- ③ SGCNT/集電体界面と電極引出部の抵抗を低減させ、時定数を $2.0\Omega\text{F}$ 以下にする。
- ④ 電極活物質の高密度充填により、コンポジット電極内の活物質充填率を 80%にする。

2. 事業の計画内容

2. 1 研究開発の内容

研究開発の期間は、平成 18 年度から平成 22 年度までの 5 年間とする。本事業の予算は

18～20 年度で総額 12.4 億円（18～22 年度で総額 20 億円を予定）である。

研究開発項目①CNT 量産化技術開発では、今まで小型基板バッチ処理で行われてきたスーパーグロース合成反応を、スケールアップ・連続化・高効率化することにより、SGCNT のかつてない規模での安価な工業的量产を目指す。スーパーグロース合成法とは、通常の SGCNT 合成雰囲気極微量 PPM オーダーの水分を添加することにより発現する、まったく新規な成長モードを総称し、このスーパーグロース技術を用いると通常は数秒しか活性を示さない触媒が数十分に渡り活性を示し、極微量の触媒から大量の SGCNT を合成することができる。また、非常に高い触媒の活性に起因する超高密度成長のために、SGCNT は基板から垂直に伸びる配列構造体を構成する。この成長法によって合成した SGCNT は高い比表面積を示すことが特徴であり、キャパシタの電極材料として最適である。

本研究開発項目では、SGCNT の比表面積、純度、長さ、配向性などの構造を制御しながら量产するための基盤技術を開発する。グラフェンシート構造で構成され、層の数が 1 層で、外径が 1nm～5nm の配向した SGCNT を基板上に構造制御された形で非常に効率良く大量に合成する技術を開発する。層の数を一層と限定するのは、単層 CNT はキャパシタ応用にとって不可欠な物性値である比表面積がもっとも大きいためである。

研究開発項目②CNT キャパシタ開発では、スーパーグロース法で作製された SGCNT 構造体は従来にはない高いアスペクト比、高純度、高配向性、高表面積を有しキャパシタ電極材料として理想的な材料である。しかしながら、SGCNT を電極材料として高性能なキャパシタデバイスを製造するには、解決しなくてはならない多くの課題がある。そこでまず、セル設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能をもった新規材料に最適なデバイス製造技術の開発を中心に行う。本研究開発では、SGCNT 量産化技術の開発ステージに合わせて、キャパシタデバイスの試作を行う。

一方、キャパシタデバイスの作動電圧の向上は高エネルギー密度化のためには極めて重要であるが、高すぎる電圧での作動はデバイス劣化を招き、寿命を縮めるというトレードオフの関係にある。CNT は理想的には電解液分解に活性であるグラフェンの末端（エッジ）が無いことから、活性炭より優れた耐電圧性能が期待されるとともに、異なるデバイス劣化機構が想定される。そこで高作動電圧化を実現するため、デバイス劣化機構の解明、電解液や電極界面構造の選択・設計・評価などを技術課題として、高性能化技術開発を 5 年計画で実施する。

それぞれの項目は、効率よく研究開発を行うために小項目を設け、各課題の解決に当たっている。表 II-1 に研究開発項目と実施内容を示す。

表 II-1 研究開発項目と実施内容

研究開発項目	実施内容	委託・再委託先
① CNT 量産化技術開発		
ア. 触媒・助触媒・基板の研究	量産性に向いたできるだけ安価で、信頼性の高い触媒系の開発を行う。	日本ゼオン株式会社 産業技術総合研究所
イ. 大面積化 CNT 合成技術の開発	大型基板で均一に SGCNT を合成する CVD 合成技術を開発する。	日本ゼオン株式会社 産業技術総合研究所
ウ. 長尺化・高効率 CNT 合成技術の研究	高活性の触媒開発、触媒失活のメカニズムを解明等により、超寿命の触媒・成長プロセスの開発を通じて、最終目標(10mm)の配向バルク SGCNT 構造体の成長技術を確立する。	産業技術総合研究所
エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究	SGCNT 構造体の直径、品質、密度、純度、比表面積を制御する合成技術を開発する。	産業技術総合研究所
オ. キャパシタ最適 CNT 探索及び合成技術の研究	構造制御された SGCNT 構造体からキャパシタに最適な SGCNT 構造体の探索・設計・評価を進める。	産業技術総合研究所
カ. 単層 CNT 標準化のための計測評価技術の開発	単層 CNT 標準化のための計測評価技術を開発し、得られた結果は、ISO 標準化にむけたワーキングドラフトへと反映させる。	産業技術総合研究所
②CNT キャパシタ開発		
ア. デバイス製造技術の開発	セル設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、SGCNT に最適なデバイス製造技術の開発を行う。	日本ケミコン株式会社 産業技術総合研究所
イ. 高性能化技術開発	SGCNT 構造体電極構造の最適化と高作動電圧化に関する高性能化技術開発を行う。	日本ケミコン株式会社 産業技術総合研究所
ウ. コンポジット電極の研究開発	1) 電極活物質と SGCNT との複合化により、高エネルギー密度電極として有望なコンポジット電極の開発を行う。	日本ケミコン株式会社 産業技術総合研究所
	2) 電極活物質モノマーの合成	岡山大学 (再委託)
	3) コンポジット電極物質	東京農工大学 (再委託)

2. 2 研究開発の実施体制

本プロジェクトは、NEDO が企業、民間研究機関、独立行政法人、大学等（委託先から再委託された研究開発実施者を含む。）から、公募によって委託先を選定後、共同研究契約等を締結、図 II-1 に示す研究体を構築し、研究を実施する。（原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別の研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点からの国外企業との連携が必要な部分はこの限りではない。）なお、実用化を目的とすることから、技術力を有する極力少数の企業による、役割分担の明確な開発体制が望ましい。

共同研究開発に参加する各研究開発グループの有する研究開発ポテンシャルの最大限の活用により効率的な研究開発の推進を図る観点から、NEDO が指名する研究開発責任者（プロジェクトリーダー）独立行政法人 産業技術総合研究所 ナノチューブ応用研究センター長 飯島 澄男 の下に研究者を可能な限り結集し、かつ、研究開発項目間の連携・調整を取りつつ、効果的な研究開発を実施する（表 II-2）。さらに、平成 21 年度より、日本ゼオン株式会社取締役常務執行役員 荒川公平を研究開発責任者（プロジェクトリーダー）とし、実用化を目指した研究開発のさらなる促進を図る（表 II-3）。

表 II-2 実施体制 (平成 18 年度～平成 20 年度)

プロジェクトリーダー	飯島 澄男 ((独)産業技術総合研究所)
サブプロジェクトリーダー	湯村 守雄 ((独)産業技術総合研究所)
グループリーダー CNT 量産化技術開発	荒川 公平 (日本ゼオン株式会社)
グループリーダー CNT キャパシタ開発	玉光 賢次 (日本ケミコン株式会社)

表 II-3 実施体制 (平成 21 年度～平成 22 年度)

プロジェクトリーダー	荒川 公平 (日本ゼオン株式会社)
サブプロジェクトリーダー	湯村 守雄 ((独)産業技術総合研究所)
グループリーダー CNT 量産化技術開発	上島 貢 (日本ゼオン株式会社)
グループリーダー CNT キャパシタ開発	玉光 賢次 (日本ケミコン株式会社)

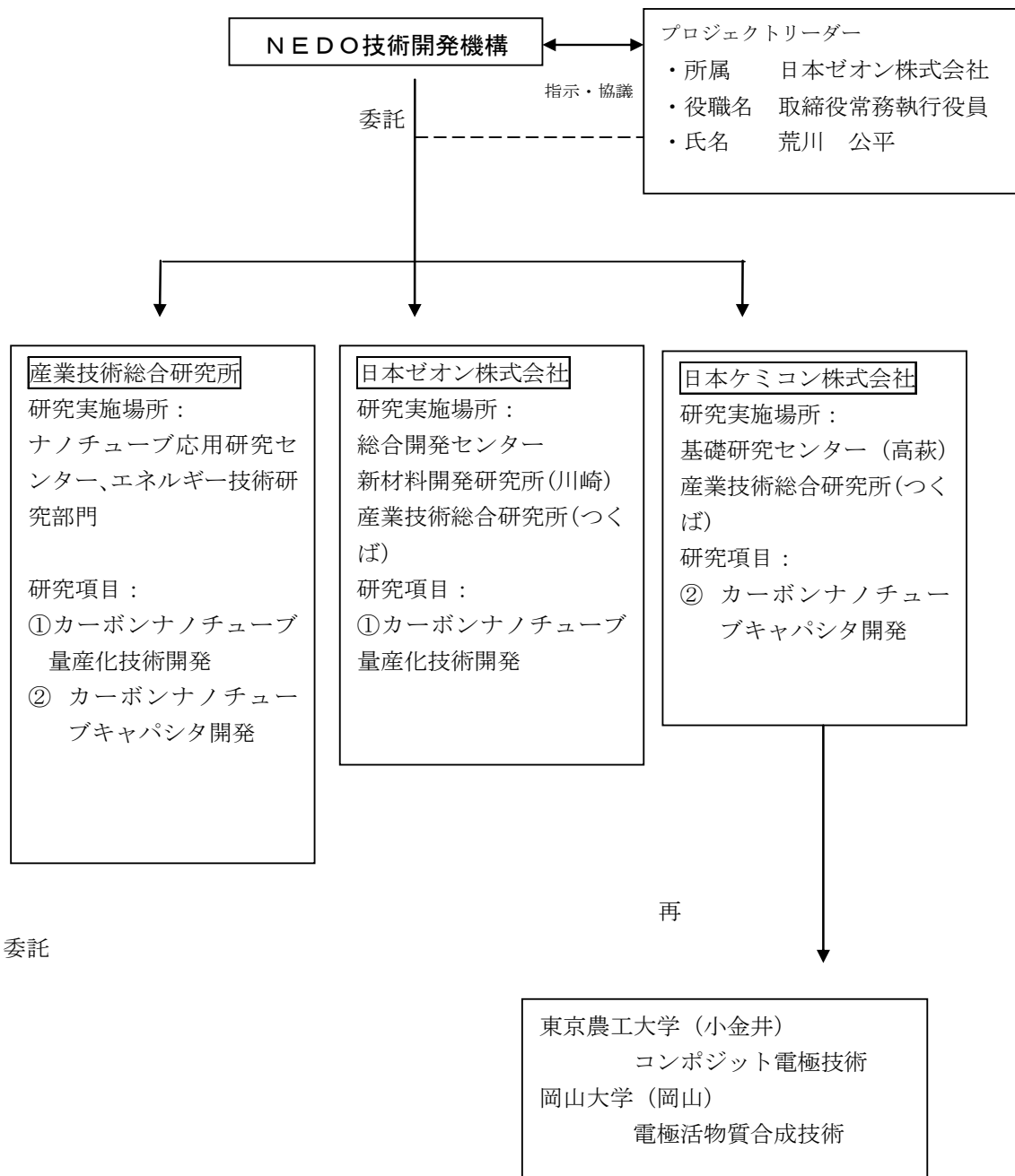


図 II-1 本事業のスキーム

2. 3 研究開発の運営管理

本プロジェクトでは、独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内に集中研究拠点を設置するとともに、各研究機関で研究開発を実施する。また、CNT 量産技術開発グループ（日本ゼオン、産総研）と、キャパシタ開発グループ（日本ケミコン、産総研）のそれぞれにおいてグループ内の各テーマ担当者間の検討会を PL 他参加の下、月 1 回開催した他、グループ間の連携を強化するために、両者間で研究進捗状況、問題点等を検討する「研究調整委員会」を設置し、そこで取り上げられた問題点、及びその対策を PL 他と協議の上、当該テーマ担当部署にフィードバックして、プロジェクト全体の研究開発を効率的に推進した。また、外部委員を入れて、研究進捗状況の報告とその後の推進を図る「研究推進委員会」を設けた。

表 II-4 委員会開催実績

年	実施月	委員会名	場所	内容	備考
平成 18 年	7 月	第 1 回研究推進委員会	浜松町東京會館	キックオフ	METI, NEDO を含めて 22 名
	9 月	第 1 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	10 月	第 2 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	10 月	第 3 回研究調整委員会	日本ケミコン	研究進捗状況、問題点の検討	
	11 月	第 4 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12 月	第 2 回研究推進委員会	産総研	研究進捗状況報告	METI, NEDO、5 名出席
平成 19 年	1 月	第 5 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	2 月	第 6 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	3 月	第 7 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	4 月	第 8 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	6 月	第 3 回研究推進委員会	日本ゼオン	研究進捗状況報告	METI, NEDO、7 名出席
	6 月	第 9 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	8 月	第 10 回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	

	10月	第11回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	11月	第12回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第13回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第4回研究推進委員会	日本ケミコン	研究進捗状況報告	METI, NEDO、4名出席
平成20年	1月	第14回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	2月	第15回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	NEDO 2名出席
	3月	第16回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	5月	第17回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	6月	第18回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	7月	第5回研究推進委員会	産総研	研究進捗状況報告	NEDO 1名出席
	7月	第19回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	9月	第20回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	10月	第21回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	11月	第22回研究調整委員会	日本ケミコン	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第23回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第6回研究推進委員会	日本ゼオン	研究進捗状況報告	NEDO 2名出席
平成21年	1月	第24回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	3月	第25回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	3月	第26回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	4月	第27回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	5月	第28回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	6月	第29回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	

	7月	第30回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	7月	第31回研究調整委員会	日本ケミコン	研究進捗状況、問題点の検討	
	7月	第7回研究推進委員会	産総研	研究進捗状況報告	METI, NEDO、5名出席
	8月	第32回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	10月	第33回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第34回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	12月	第8回研究推進委員会	日本ケミコン	研究進捗状況報告	METI, NEDO、4名出席
平成22年	1月	第35回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	2月	第36回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	2月	第37回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	3月	第38回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	4月	第39回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	6月	第40回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	7月	第41回研究調整委員会	産総研	研究進捗状況、問題点の検討	
	7月	第9回研究推進委員会	日本ゼオン	研究進捗状況報告	METI, NEDO、5名出席
	8月	第42回研究調整委員会	日本ケミコン	研究進捗状況、問題点の検討	
平成23年	3月	第10回研究推進委員会	産総研	研究進捗状況報告	NEDO 3名出席

3. 情勢変化への対応

研究開発を加速するために、平成18年度秋に加速財源により、スーパーグロース連続CVD合成装置、高精度薄膜塗工装置、レーザー溶接装置が導入された。スーパーグロース連続CVD合成装置を早期に導入する事により、平成18年度中に、基礎実験と並行してスーパーグロース連続CVD合成装置システムの設計・製作を実施する事が可能になり、基礎実験成果を連続合成装置に早期に適用することが可能となり、量産化技術を飛躍的に伸ばすことができた。

また、スーパーグロース技術では、触媒を成膜した基板上にSGCNTを成長させることを

特徴としており、生産性の効率を上げるためには、基板の大面积化、連続化が必要不可欠であるが、高精度薄膜塗工装置の導入により、触媒粒子の分散液を塗布するウェットプロセスの開発が可能になり、大面积化、連続化が可能となり、大幅なコストダウンが実現できる。本触媒の製膜技術が確立により、国際的競争力が大幅に向上することが期待される。

レーザー溶接装置の導入により、キャパシタ素子を導入した金属ケースと金属の蓋（封口板）をレーザー照射して溶融接着させたセルを用いることで信頼度±1年のキャパシタの寿命評価を実施した。これにより寿命評価技術を加速することで、ライバル技術より長寿命のキャパシタを開発が促進された。さらに、これまで曖昧であったキャパシタの寿命評価法の標準化を優位に進めることも可能になった。

平成19年度秋に加速財源により、キャパシタ試作装置並びに電極表面分析装置が導入された。

キャパシタ試作装置の導入により、キャパシタ性能に大きな影響を与えない雰囲気（低露点環境）下を作り出し、かつ作業効率を向上でき、最適な露点及び電極作製条件を明らかにすることにより、キャパシタ初期特性のみならず、製造工程の高効率化という工業的・産業的ニーズも満たす成果をあげることができた。

電極表面分析装置の導入により、劣化後の電極表面に存在する1～数十nmの電極細孔壁面に生成された表面官能基や堆積物を同定し、電解液劣化のみならずキャパシタ内部での総合的な劣化解析による寿命特性向上という成果をあげた。

4. 中間評価結果への対応

GNT量産化技術開発においては、実用化において競争力のあるコスト、大量供給を可能とする製造プロセスの要素技術開発を中心に検討を実施した。具体的には、量産に向けた安価な基板、触媒の開発を行うと共に、成長プロセスの改良によるA4サイズ基板でのSGCNTの合成、連続炉でのSGCNTの合成に成功してきた。これら技術を活用し、平成22年に産業技術総合研究所内に500mm角基板に対応した量産実証プラント（生産能力：600g/日）を建設し、大面积基板での連続合成に成功している。当該プラントで得られるSGCNTは、キャパシタプロジェクトで合成したSGCNTと同等の品質を有しており、キャパシタ用途として十分使用できるものと考えている。今後は継続研究を通じ、低コストプロセスのブラッシュアップ、基盤技術開発で得られた新規合成法の連続合成炉への適用、並びに品質の安定化を図り、キャパシタ用途に見合う低コストプロセス開発を継続して実施する予定にしている。

GNT量産基盤技術開発においては、成長前の触媒形成プロセスの温度、触媒還元水素量、トータルガス流量といった合成条件を変化させることにより、SGCNT構造体中の、SGCNTのサイズ、密度、高さ、収量の制御を行った。触媒形成プロセス調整で直径制御(1.9～3.2nm)に成功し、多種多様な用途に対応可能な基盤技術を構築した。また、水分以外の触媒賦活物質と高効率成長の可能性を探索し、SGCNT合成時における温度及び炭素導入量の最適化、

及び層流ダブルシャワーの組合せにより、収量 10mg/cm²、比表面積 800mg/cm² を達成した。これは、当初の収量の 6 倍以上に相当し、キャパシタ用途に見合うコストの可能性が示唆された。さらに、スーパーグロース法で得られる SGCNT に最適な簡易評価技術を構築し、量産技術開発にフィードバックした。

CNT キャパシタ基礎開発においては、SGCNT 電極の容量発現メカニズムの解明ならびにキャパシタ電極の最適化に資する基礎的研究を実施した。具体的には、電極シートの電気伝導性変化などから電気化学的ドーピングによる充放電機構を明らかにした。また、高表面積化のための重要技術である開口処理について、二酸化炭素・空気など様々な酸化剤による酸化・開口処理を行い、蓄電メカニズム、開口処理方法による細孔径の制御、細孔内への電解液・電解質イオンの浸透が十分であるかなど、開口による高エネルギー密度化のための条件を調べ、電解液が十分浸透できる処理条件を明らかにした。さらに、重要パラメータの一つであることが明らかとなった微量の混入金属不純物がキャパシタ特性に与える影響に関して分析・検討し、キャパシタ特性改善のため、酸処理による金属除去手法を確立した。

CNT キャパシタ応用開発においては、性能、コスト、実用化・事業化の観点から、SGCNT を用いた真性電気二重層キャパシタ（SGCNT 電気二重層キャパシタ）と、コンポジット電極を用いたキャパシタの二種のキャパシタを見極めるための検討を実施した。SGCNT を用いた真性電気二重層キャパシタ開発では、電圧特性や寿命特性に悪影響を及ぼすバインダーや接着剤を用いない 100%SGCNT から構成される革新的な電極作製技術を確立した。この技術により、高耐電圧化（～3.5V）が可能となり、従来活性炭を用いた電気二重層キャパシタに比べ約 2 倍のエネルギー密度とパワー密度が増加した。加えて寿命阻害因子の低減により約 16 年の寿命が推定可能となり、従来活性炭キャパシタでは成し得ない高性能化に成功した。しかしながら、当初予定していた CNT 内壁利用による電極容量増加（理論的に 2 倍）の検討では、SGCNT 電荷量不足という問題から、現時点で、エネルギー密度 20Wh/kg の目標値の達成は困難と判明した。コンポジット電極開発では、有機系ポリマー電極材開発（共同研究先：産業技術総合研究所、再委託先：岡山大学）と、金属酸化物系（再委託先：東京農工大学）について、それぞれ優位性を比較検討しながら進めてきた。有機系ポリマー電極、金属酸化物系電極開発ともに、従来活性炭を用いた電気二重層キャパシタを凌駕するエネルギー密度を確認したが、特に金属酸化物系電極開発において、日本ケミコンと東京農工大学の共同開発による革新的なコンポジット電極材料作製技術（ナノハイブリッド技術）を SGCNT 電極作製技術と融合することで、従来の金属酸化物系電極材料の問題点であった高速充放電特性を解決した。具体的には金属酸化物としてナノ結晶チタン酸リチウムを SGCNT に担持したコンポジット電極材料であり、この材料を負極としたキャパシタ（SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ）は、エネルギー密度だけでなくパワー密度も飛躍的に向上できる。その値は SGCNT 電気二重層キャパシタを上回り、また、自己放電特性などの性能優位性もある。さらに SGCNT 使用量を低減できるため、コストメリットも期待でき

る。以上より、総合的な市場要求の観点から、今後は SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ開発に集中することとした。

5. 評価に関する事項

我が国の今後のナノテクノロジー分野の技術開発の方向性について検討するために、NEDO が選定した外部有識者 5 名（大学研究者、関連民間会社から選出）により構成される事前評価委員会を平成 18 年 5 月 10 日に開催した。事前評価委員会では、NEDO が事前に作成した技術課題やそれを踏まえた研究計画案について議論の上、とりまとめた。

技術的観点並びに政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、NEDO が選定した外部有識者 6 名（大学研究者、関連民間会社から選出）により構成される中間評価を平成 20 年 6 月 24 日に開催した。中間評価では、研究成果、技術的課題、研究計画、将来の産業への波及効果について議論を行い、研究計画にフィードバックした。また、中間評価結果を踏まえ必要に応じて事業の加速・縮小・中止等、見直しを迅速に行った。

III. 研究開発成果について

1 事業全体の成果

1. 1 プロジェクトの概要

キャパシタの電極材料として活性炭に代わり SGCNT を用い、粉体成型により製作された活性炭電極のような接触抵抗を無くし、電極材料に起因するセルの内部抵抗を最小限にすることを可能にし、キャパシタの需要に求められる高出力、高エネルギー密度、長寿命の電気二重層キャパシタを開発する。そのために、高度に配向した長尺 SGCNT の大量合成技術の開発及び本 SGCNT を用いたキャパシタ製造技術の開発を実施する。

1. 2 研究開発の目標

平成 22 年度までに、従来の活性炭を電極に用いたキャパシタに代わり、SGCNT を用いた高性能キャパシタを開発する。キャパシタの目標は、耐久性のあるエネルギー密度が 20Wh/kg 以上のキャパシタを開発する。この目標を達成するために、①SGCNT の高配向、高密度化技術並びに製品化に必要とされる CNT 量産化技術および②キャパシタ製造技術を確立する。

1. 3 研究開発内容

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目を実施する。

①CNT 量産化技術開発

革新的単層 CNT 合成法であるスーパーグロース合成技術をコア技術とし、スケールアップ・連続化・高効率化することにより、配向、長尺、高純度バルク SGCNT の工業的量をを目指す。

また、SGCNT の製造法のみならず、計測評価法も開発途上の段階にあり、産業応用やリスク評価のための障害となっている。そのために、CNT の質を客観的に評価する計測評価技術の開発を行う。

②CNT キャパシタ開発

スーパーグロース法で作製された構造体を電極材料として、耐久性のある高エネルギー密度のキャパシタを開発する。

1. 4 各研究開発項目の課題内容

①CNT 量産化技術開発

上記最終目標の達成のため、日本ゼオン株式会社（日本ゼオン）と独立行政法人産業技術総合研究所（産業技術総合研究所）でつくばに集中研究所（集中研）を設置し、既存のインフラを最大限に活用しながら、研究者間の円滑なコミュニケーション化を図り、研究開発を最大限に加速する。集中研においては、両者の強みを活かすために産業技術総合

研究所は主として超効率成長プロセス探索、新触媒の開発、構造制御技術などの研究項目を担当し、日本ゼオンは主として、大面積成長技術、プロセス安定化技術などの開発項目を担当する。

また、産業応用を推進するために、産業技術総合研究所において、CNT 標準物質の計測評価法の標準化を進める。

以下の研究項目を実施する。

ア. 触媒・助触媒・基板の研究

量産性に向いたできるだけ安価で、信頼性の高い触媒系の開発を行う。

イ. 大面積化 CNT 合成技術の開発

大型基板で均一に SGCNT を合成する CVD 合成技術を開発する。

ウ. 長尺化・高効率 CNT 合成技術の研究

スーパーグロース法の最適化、新しいプロセスの模索、より高活性の触媒開発、触媒失活のメカニズムを解明等により、超寿命の触媒・成長プロセスの開発を通じて、最終目標(10mm)の配向バルク SGCNT 構造体の成長技術を確立する。

エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究

SGCNT 構造体の直径、品質、密度、純度、比表面積を制御する合成技術を開発する。

オ. キャパシタ最適 CNT 探索及び合成技術の研究

構造制御された SGCNT 構造体からキャパシタに最適な SGCNT 構造体の探索・設計・評価を進める。

カ. 単層 CNT 標準化のための計測評価技術の開発

単層 CNT 標準化のための計測評価技術を開発し、得られた結果は、ISO 標準化にむけたワーキングドラフトへと反映させる。

②CNT キャパシタ開発

CNT、とりわけ単層 CNT は、表面積が大きい一枚のグラフェンの両側の面を全て使うことが理論上可能な、キャパシタ電極としてきわめて理想的な材料である。しかも、高速な電子伝導が可能な材料であることから、キャパシタ用電極材料としてこれまで使われてきた活性炭電極では困難な高性能化が可能となる。スーパーグロース法で作製された SGCNT 構造体は従来にはない高いアスペクト比、高純度、高配向性、高表面積を有しキャパシタ電極材料として理想的な材料である。しかしながら、SGCNT を電極材料として高性能なキャパシタデバイスを製造するには、解決しなくてはならない多くの課題がある。そこでまず、セル設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能をもった新規材料に最適なデバイス製造技術の開発を中心に行う。本研究開発では、CNT 量産化技術の開発ステージに合わせて、キャパシタデバイスの試作を行う。

一方、キャパシタデバイスの作動電圧の向上は高エネルギー密度化のためには極めて重要であるが、高すぎる電圧での作動はデバイス劣化を招き、寿命を縮めるというトレード

オフの関係にある。CNT は理想的には電解液分解に活性であるグラフェンの末端（エッジ）が無いことから、活性炭より優れた耐電圧性能が期待されるとともに、異なるデバイス劣化機構が想定される。そこで高作動電圧化を実現するため、デバイス劣化機構の解明、電解液や電極界面構造の選択・設計・評価などを技術課題として、高性能化技術開発を 5 年計画で実施した。

以下の研究項目を実施した。

ア. デバイス製造技術の開発

スーパーグロース法で作製された SGCNT 構造体は従来にはない高いアスペクト比、高純度、高配向性、高表面積を有しキャパシタ電極材料として理想的な材料である。しかしながら、SGCNT を電極材料として高性能なキャパシタデバイスを製造するには、解決しなくてはならない多くの課題がある。そこで、セル設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能をもった新規材料に最適なデバイス製造技術の開発を行う。

イ. 高性能化技術開発

一方、SGCNT 構造体がキャパシタ電極として高いエネルギー密度ならびに出力密度を発現するためには、SGCNT の直径、配列を制御し、イオンが拡散する電極内細孔空間構造の最適化が必要である他、キャパシタデバイスの作動電圧の向上が極めて重要であることから、電極構造の最適化と高作動電圧化に関する高性能化技術開発を行う。

ウ. コンポジット電極の研究開発

さらに、電気化学的な酸化還元（レドックス）反応を利用して電荷を貯蔵・放出する電極活物質と SGCNT との複合化により、高エネルギー密度電極として有望なコンポジット電極の開発を行う。

1. 5 各研究開発項目の成果要約

①CNT 量産化技術開発

委託先：独立行政法人産業技術総合研究所、日本ゼオン株式会社

集中研「CNT 量産化技術開発」において、産業技術総合研究所並びに日本ゼオン株式会社は以下の 6 つの開発項目を担当した。

ア. 触媒・助触媒・基板の研究

触媒を担持させて、SGCNT を成長させる基板として、従来のシリコンウェハのような高価な基板ではなく、比較的安価な材料よりなる基板を用いて、品質に優れた SGCNT を大量に製造する技術について検討を重ねた。スーパーグロース法は、基板上で SGCNT を合成する方法であり、世界最高の成長効率を誇る。本手法では、800°C 近くの温度条件下で、水素還元雰囲気、水分添加、酸化雰囲気に対して高い耐久性を示し、かつ SGCNT の合成を阻害しない基板が必要となるが、検討を重ねた結果、特定のニッケル合金が要件を満たしている

ことを発見した。特にこれらの合金の板状あるいはリボン状のものを用いることにより、目的とする性質を持つ SGCNT の配向構造体が得られることを確認した。ここで用いたニッケル合金上では、SGCNT の品質、収量、選択性はシリコン基板上と同等であった。すなわち、大きさの制限が少なく、シリコン基板よりもはるかに安価なニッケル合金基板で大量の SGCNT を合成することが可能となった。

Feコロイドを用いたウェットプロセス触媒の形成方法を開発し、純度 99.99%以上の SGCNT 成長を確認した。SGCNT の直径はコロイドの直径に依存せず、触媒の塗布量（密度）に相関して変化することが判明した。

さらに、ウェットプロセスで形成した硝酸鉄触媒とアルミナ助触媒を積層させた基板を開発し、BET 比表面積 $1000\text{m}^2/\text{g}$ 収量 $1.0\text{mg}/\text{cm}^2$ の SGCNT を成長に成功した。大面積化が可能な塗布方法について検討を行い、A4 サイズのバーコーティング、キャップコーティングによる塗布方法を開発した。

使用済みの触媒の上に、新しい触媒を積層することで、小型基板で 30 回、A4 基板で 10 回の基板再利用プロセスの開発に成功した。塗布液の改良で SGCNT 成長の安定性の改善に成功した。湿潤触媒塗布、SGCNT 合成、SGCNT 回収、基板クリーニングを連続でかつ全自動で行える、基板長期耐久試験システムを導入、立ちあげた。

基板長期再利用試験システムを用いて基板の長期寿命試験を実施し、基板の再利用プロセスの開発、基板の変形防止技術の開発に成功した。また、湿潤触媒、湿潤助触媒の改良をおこない、基板再利用まで含めたプロセスに最適な安定・均一な塗布技術開発に成功し、A4 サイズ基板での均一成長に成功した。

イ. 大面積化 CNT 合成技術の研究

今回開発した技術を適用できる大面積スーパーグローブ合成炉を設計・試作し、A4 サイズの金属板の全面に均一な SGCNT 構造体を合成することに成功した。合成された SGCNT は、世界最高レベルの高純度（炭素純度 99.9%以上）、高比表面積（非開口状態で $1000\text{m}^2/\text{g}$ 以上）、長さを持ち、かつ配向しており、スーパーキャパシタ等の用途において非常に有用なものと考えられる。

大型基板で均一に SGCNT を合成する CVD 合成技術を開発するために、小型 CVD 炉での実験結果と流体シミュレーションの結果の整合性を取ることで、CVD 炉内の流体シミュレーションモデルを構築した。構築したシミュレーションモデルを用いて大型 CVD 合成炉のシャワー形状を設計し、さらに CVD 条件（ガス量、炉温度など）を最適化することで、A4 サイズ触媒基板（従来の 140 倍の面積）1 枚あたりに SGCNT 約 1g を合成することに成功した。

さらに流体シミュレーションにより、窒素用の大面積 CVD 用シャワーを開発し、高価なヘリウムガスを窒素ガスに置き換えることに成功し、SGCNT 製造コスト低減（従来の約 1/5）の目処付けを行った。スーパーグローブ大面積 CVD 合成装置検討システムの全自動化改造で、A4 サイズサンプルの生産量を約 3 倍に増加させることに成功した。シャワー、流体シ

ミュレーション等の技術知識を駆使して、連続合成装置を設計・製作した。

A4 サイズサンプルの品質評価を行い、基板縁部（特に4角）のG/D比、BET比表面積が基板中心部と比較して劣っていることが判明した。縁部品質低下の傾向を把握し、従来よりも水分量を増加させた条件によって改善する傾向があることを見出した。また、スーパーグロス大面積CVD合成装置検討システムにおいて、A4サイズサンプルの合成の再現性が取れない状況が続いていたが、原因解明のための対策・実験を継続した結果、再現性の実現の可能性を見出すことに成功し、プロジェクトを通じて1,076gのサンプルを提供した。

ウ. 長尺化・高効率CNT合成技術の研究

スーパーグロス全自動合成装置探索合成部を改良し、in-situ高さ計測系の構築、in-situ反応ガス分析系の導入、ガス供給システム改良を行った。また、垂直ガス供給等の手法で、超効率成長を目指した、超高効率SGCNT合成装置を設計、立ち上げ、運転を行い、これらの技術により、高さ（長さ）が4mm以上の配向バルクSGCNT構造体の合成に成功した。

スーパーグロス法の最適化、新しいプロセスの模索、より高活性の触媒開発、触媒失活のメカニズムの解明等を行った。SGCNT成長時の触媒を直接観察できるBALL-CVDを開発し、水分の効果を検証した。その結果、水分には触媒を覆って失活させるカーボンを取り除く作用があり、触媒の賦活能があることが解明された。特定の成長条件で発現する超寿命成長、ハイパーモードを見出し、高さ1cmのフォレストの合成に成功した。

基板面積当たりの収量を増加させるために、反応ガスの流量、および熱履歴を最適化する合成法の開発を開始した。炭素効率20%（従来比2倍）、平均収量7.5mg/cm²（従来の5倍）、比表面積1100m²/g（で従来と同等）を達成した。これにより基本計画の成長効率100,000%以上、炭素効率10%以上、生産速度0.03g/h・cm²を達成した。

水分以外の触媒賦活物質と高効率成長の可能性を探索し、下記の一般則に従う限り、超高効率成長が可能であることを見出した。①炭素源には、“酸素”を含んではいけない。②賦活剤は、“酸素”を含まなければならない。炭素源、賦活剤は独立に制御できなくてはならない。新しい賦活剤により生産速度0.1g/h・cm²を達成し、最終目標の生産速度0.06g/h・cm²以上を達成した。スーパーグロス(SG)の成長のカイネティクスを調べ、水分のゼロ次反応を発見し、スーパーグロス法の化学反応モデルを構築した。

「キャパシタ電極として使用できるコスト」を実現するため、実証プラントで実施可能な合成プロセスで、現在の標準レシピの品質を保持しつつ、収量(1.5-2.0g/cm²)を向上させることができる新規合成手法の技術開発を行った。開発した新規合成手法は

- 1) ダブルシャワー超高速成長（流体シュミレーション活用）
 - 2) 炭素源探索
- である。

SGCNTの原料として用いる炭素源として、炭化水素化合物を、飽和、不飽和、環状、鎖状

に分類し、TDN、キシレン、ジシクロペンタジエン、プロパン、ヘキサン、アセチレン、ブタジエン等を用いて SGCNT の合成を試みた。結果として、品質は異なるものの、どの炭素源を用いても同じ SGCNT（密度、直径）が合成できることが分かった。そこで、各炭素源に対して、炭素流量を変化させつつ、水分量、温度を最適化し、収量を計測した。通常、炭素流量を増加させるにつれ、収量はピーキングし、最適流量を超えると収量は減少する。しかしながら、特定の炭素化合物は、合成時の収率が減少せず、増加することを明らかにした。

高収率合成法 (Fast-CVD) の安定性と再現性を向上させるため、ガスシミュレーションを行い、合成方法の改善を図った。ガスシミュレーション結果を用い、ガスの乱流を最小限に抑さえ、ガス流束の均一性を最適化する、層流ダブルシャワーをデザインした。層流ダブルシャワーを作製し、合成実験を行い、以前の Fast-CVD と比して、再現性が向上した。具体的には、40 回のサイクルテストにおける収量のばらつきは 10% 以下を達成した。また、本手法を用いることで、収量も大幅に増加し、比表面積 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ を保持しつつ $7.6 \text{ mg}/\text{cm}^2$ の収量を達成した。

温度及び炭素導入量の最適化、及び層流ダブルシャワーの組合せにより、収量 $10 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 、比表面積 $800 \text{ mg}/\text{cm}^2$ を達成した。これは、当初の収量の 6 倍以上相当する。

エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究

スーパーグロース法を用いて合成した、垂直配向構造体中の SGCNT は、ミリメートル以上の長さ、 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ の高い比表面積、99.9% 以上のカーボン純度を持ち、かつ配向している。しかしながら、成長直後には SGCNT の体積占有率は 4% 程度と、非常に密度の低い材料であり、そのままでは、キャパシタ用電極材料に使うことが難しいが、このフォレストの SGCNT を分散させ、ばらばらにして、成型加工してしまうと構造特性が失われてしまう事が問題であった。フォレストの構造特性を損なわずに、高密度化する技術について検討を重ねた結果、直配向構造体を、溶液に浸し乾燥させると、溶媒の表面張力と SGCNT 間のファンデルワールス力により、チューブをくっつけるジッパー効果が発現し、配向したナノチューブを稲穂の束のように高密度化 ($0.5 \text{ g}/\text{cm}^3$ 以上) できることを見出した。また、非常に弱い外力を本プロセス中に与えると、形状を棒状や、シート状等様々な形に成型することが可能であることを見出した。本プロセスは、分散・精製等を一切使用しないため、SGCNT にダメージをまったく与えないで、高密度化成型加工ができる。そのため、創製された SGCNT 固体は、SGCNT の本来の特性をそのまま保持し、高い比表面積 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ 、導電性 ($1 \Omega/\square$)、柔軟性 (シート形状の場合折り曲げ可能) を持つ。また、高密度化のため、フォレストと比較して 70 倍強度も増し、グラファイト並みの強度 (Vickers 強度 7-10) を持つ。固体中の SGCNT はミリメートル超えの長尺、99.9% 以上のカーボン純度、かつ配向性といったフォレストの優れた特性も同時に保持している。

構造制御 CNT 合成技術については、品質制御技術の検討を行った。フォレストにカーボ

ン不純物が付着することを見出し、その定量的評価をおこなった。通常時でのフォレストの CNT 純度は 97%と評価された。成長雰囲気中のガス分析を行い、CO が触媒寿命に大きな影響を与えることを見出した。CO と水分を添加することで制御した状況で長寿命成長を発現させることに成功した。

成長前の触媒形成プロセスの温度、触媒還元水素量、トータルガス流量といった合成条件を変化させることにより、SGCNT 構造体中の、SGCNT のサイズ、密度、高さ、収量の制御を行った。触媒形成プロセス調整で直径制御(1.9~3.2nm)に成功した。

SGCNT の MSDS&スペックシート作成、及び生産管理技術構築を念頭に、簡易かつバルクの評価手法の開発を行った。

・SGCNT の配向度を、SEM 画像のフーリエ変換と、そのヘルマン配向係数の評価により、簡便に定量評価する手法を確立した。SEM 画像をフーリエ変換して、強度プロファイルを導出、ヘルマン係数を計算する方法を構築した。計算はすべてプログラムで自動化(標準化)した。

・SGCNT の直径分布を、TEM 画像からではなく、FT-IR を用い簡便に評価する手法を確立した。SGCNT(1nm-5nm)の評価法として FTIR を提案した。TEM との比較により、FTIR による直径評価は適切であることを評価し、FTIR の測定精度は、0.1nm 程度であることを見いだした。

・SGCNT の純度(単位重量当たりの純度)を、窒素吸着等温線からの外部比表面積の解析により、簡便に評価する手法を確立した。合成された、SGCNT 材料中には、炭素不純物が存在し、炭素不純物により比表面積が大幅に低下する。そこで、SGCNT の成長と不純物付着を分離し、炭素不純物の定量評価を可能にする手法を開発し、炭素不純物が増加すると

絶対純度と外部比表面積は同様に減少することを見いだした。変換スケールを構築し、外部比表面積を絶対純度に変換することを可能にした。

・X線回折により、XRD による単層率を評価する手法を開発した。

CNT 間の構造を示す(002)ピークに注目し、(002)ピークの形状は CNT の層数に依存することを見いだして、その形状から、SGCNT 率を導出する方法を構築した。

以上の技術を組み合わせて、SGCNT の想定スペックシートを提案した。

オ. 最適 CNT 探索及び合成技術の研究

上記エ. で開発した高密度単層 CNT を電極材料として用いるキャパシタは、活性炭を電極とする従来型のキャパシタよりも、高エネルギー密度、ハイパワーを示すことを実証した。

開発した SGCNT フォレストに開口処理を施し、キャパシタとして 60%の電気容量の増加を達成。本 SGCNT フォレストを電極材料として用いるキャパシタは、活性炭を電極とする従来型のキャパシタよりも、高エネルギー密度、ハイパワー密度を有する事を実証した。

カ. 単層 CNT 標準化のための計測評価技術の開発

単層 CNT 標準化のために UV 吸収、蛍光発光法、ラマン分光法を用いた単層 CNT の直径評価技術を開発し、得られた結果を ISO 標準化にむけたワーキングドラフトに反映させた。

研究開発項目② CNT キャパシタ開発

②-1 CNT キャパシタ基礎開発（担当：産業技術総合研究所）

ア. デバイス製造技術の開発

デバイス製造技術の開発に関しては、SGCNT 構造体をアルミ集電体に低抵抗で接合するための技術について、白金やアルミニウムを蒸着した試料の作製を行った。

量産 SGCNT において混入可能性のある微量の金属不純物がキャパシタ特性に与える影響に関して分析・検討し、キャパシタ特性改善のため、酸処理による金属除去手法を確立した。また、量産 SGCNT について、空気や二酸化炭素を用いた酸化処理による開口やアモルファスカーボン除去を行い、その容量改善効果を総合的に解析した。

イ. 高性能化技術開発

高性能化技術開発としては、高いエネルギー密度ならびに出力密度を発現させるため、SGCNT 構造体の高性能化を行い、電極の初期特性評価を行った。革新的な電極作製技術により、表面積や電気容量をほとんど低下させることなく高性能な SGCNT 電極作製に成功した。

キャパシタ用 SGCNT の構造最適化に必須の充放電メカニズムの解明を行った結果、電極シートの電気伝導性変化などから電気化学的ドーピングによる充放電機構を明らかにした。また、高表面積化のための重要技術である開口処理について、二酸化炭素・空気など様々な酸化剤による酸化・開口処理技術を検討した。蓄電メカニズム、開口処理方法による細孔径の制御、細孔内への電解液・電解質イオンの浸透が十分であるかなど、開口による高エネルギー密度化のための条件を調べ、電解液が十分浸透できる処理条件を明らかにした。

一方で、開口処理による電気容量増加に一定の上限があることが明らかになったので、エネルギー密度の更なる向上のため、これまでに明らかになった電気化学ドーピングによる充放電メカニズムに基づいて、SGCNT のキャリア密度の向上により高エネルギー密度化する検討を行った。その結果、酸素官能基導入により、ゼロ電荷電位付近や n-ドーピング側で顕著な容量増加が起こること、ある一定の条件でフッ素化した試料において容量の増加が見られることなどが明らかになった。また、SGCNT 電極の電気化学特性は、その電子構造に依存することから、金属/半導体分離を行い、電極特性を検討した。半導体性 SGCNT を用いることにより、充放電電位の制御が可能であることから、直径やカイラリティなどの構造制御により、CNT キャパシタの更なる高エネルギー密度化が期待された。このように、電極固体側の電子構造やキャリア密度の制御によってキャパシタ特性を制御する研究は世界でも類がない。現時点において、電子構造が十分制御された SGCNT を量産化することはできないが、将来において SGCNT の可能性をさらに広げる基礎技術であると期待される。

ウ. コンポジット電極の研究開発

コンポジット電極の研究開発については、特にコンポジット電極用ポリマーの合成に関して検討を行った。新規フルオレン系モノマーの重合を行った結果、共役系の生成を示す結果が見られたが、電気化学活性は小さかったことから、重合体の分子量増大の検討を行った。

有機ポリマーおよびその原料モノマーとして、数十種類の新規フルオレン誘導体および数種類のポリフルオレンを合成し、活物質と SGCNT とのコンポジット電極を作製した。コンポジット電極の研究開発については、特にコンポジット電極用ポリマーの合成に関して検討を行った。高い容量を維持しつつ高い安定性を有することが期待できる、ポリフルオレンベースの新規ポリマーの合成に成功した。

②-2 CNT キャパシタ応用開発（担当：日本ケミコン株）

ア. デバイス製造技術の開発

電極接合技術の調査・検討において、集電体と SGCNT との接合技術の開発を検討した。紙漉法により SGCNT フレークをシート化した SGCNT ペーパーや、垂直配向した基板成長 SGCNT 構造体を、接着剤フリーで接合することに成功した(図 III-1)。接合した電極はキャパシタとして作動可能であり、低抵抗であることが分かった。また、電極化してもある程度の配向状態を維持していることが分かった。

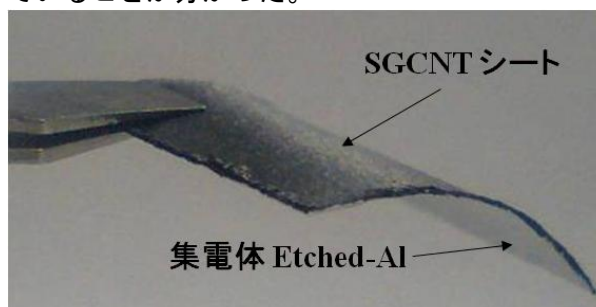


図 III-1 SGCNT/アルミニウム集電体 キャパシタシート電極の写真

集電体の性能条件検討においては、接着剤フリーで SGCNT 構造体および SGCNT ペーパーに接合するアルミニウム集電体を検討した。種々の表面処理を施した集電体と SGCNT との接合特性を検討したところ、集電体の表面形状と接合強度との関係が明らかになった。セパレータの性能条件においては、素材、厚さ、密度の異なるセパレータを検討し、SGCNT 電極に適したセパレータの条件を見出した。

評価用キャパシタセル作製に関して、ラミネートセルにて SGCNT ペーパー電極と SGCNT

構造体電極を比較したところ、SGCNT 構造体電極キャパシタは SGCNT ペーパー電極キャパシタに比べて出力密度が約 1.5 倍高いことが明らかになった。この結果より、SGCNT の配向性が電子移動抵抗、イオン拡散抵抗の双方に大きく影響することが分かった。最も高い出力密度を示した SGCNT 構造体電極キャパシタは、従来の活性炭電極を用いたキャパシタ（活性炭キャパシタ）に比べ 2 倍以上の出力密度であることが明らかとなった。

大容量キャパシタ技術開発では、1000F 級デバイス作製に向けた大型 SGCNT 電極およびキャパシタセルを作製した。SGCNT の大型シート作製では、小型シートと同様な条件で作製を試みたが、均一なシート形成が困難であった。そのため、シート作製の条件検討により均一な大型シート作製を試みところ、再分散溶媒や分散工程追加により、均一な大型（200mm ϕ ）SGCNT シートの作製に成功した。この均一な大型 SGCNT シートを用いて、1000F 級キャパシタ用大型 SGCNT 電極の作製を検討した。対応する小型シートでは問題なく集電体に接合したが、大型化に伴い集電体との接触不良が生じた。この原因を検討したところ、接合の良／不良は SGCNT のロットに大きく影響され、大型シート用に用いたロットでは接合不良となることが明らかとなった。次に接合不良を招く大型シート用 SGCNT でも集電体との接着性が良好になる条件を検討した。その結果、SGCNT シートの接着面の形状を制御した SGCNT シートを作製することにより、良好な接着性を有する大型 SGCNT シートの作製が可能となった。この SGCNT シート作製技術とこれまでに確立した集電体接合技術により、1.96 Ω F の時定数が得られる SGCNT キャパシタ作製に成功した（最終目標：時定数 2 Ω F 以下）。また、400 μ m 以上の厚みを有する SGCNT 電極も作製可能となり、電極体積占有率が 90%を超える SGCNT キャパシタ作製にも成功した（最終目標：電極体積占有率 90%）。加えて、大型 SGCNT 電極作製技術を基に 1000F 級 SGCNT キャパシタ作製を試みたところ、1400F の容量が得られる大容量 SGCNT キャパシタも作製できた（図 III-2）。



図 III-2 1000F 級 SGCNT キャパシタ

イ. 高性能化技術開発

セルの寿命に関する評価検討において、SGCNT 電極を用いたラミネートセル（SGCNT キャパシタ）を作製し、寿命に関する評価を開始した。まず 3.0 V の電圧負荷に対する特性変化を調査した。産総研と共同で量産 SGCNT の金属不純物の除去検討を行ったところ、SGCNT の高純度化処理を行うことでキャパシタの漏れ電流（LC）が大幅に低減されるのを確認した。また、その高純度化した SGCNT を用いたキャパシタは従来の活性炭キャパシタに比べ容量維持率が高いことを確認した。特に高温（85℃）下では、従来の活性炭キャパシタと比較して、極めて良好な寿命特性を示した（図 III-3）。

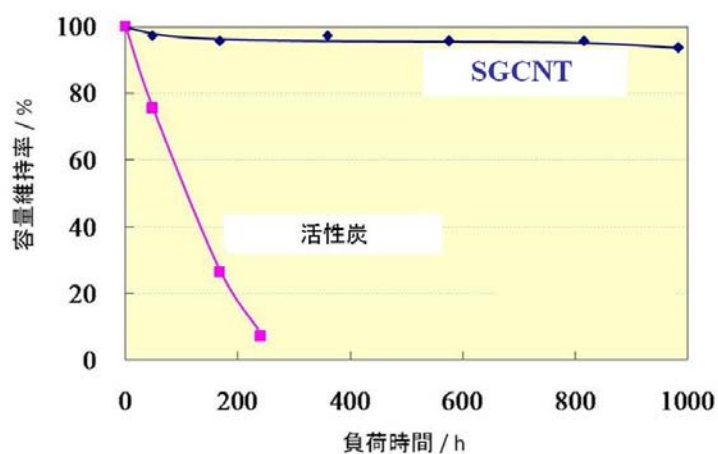


図 III-3 SGCNT 電極を用いたキャパシタの高温下での寿命試験結果（条件：3.0V @ 85℃）

複数の異なる電圧負荷温度での SGCNT キャパシタの寿命試験より、アレニウス則が成り立つ温度領域確認と寿命性能を推定した。その結果、60℃～105℃においてアレニウス則が成り立ち、常温（20℃）で約16年の寿命が推定された（最終目標：15年以上の寿命）（図 III-4）。

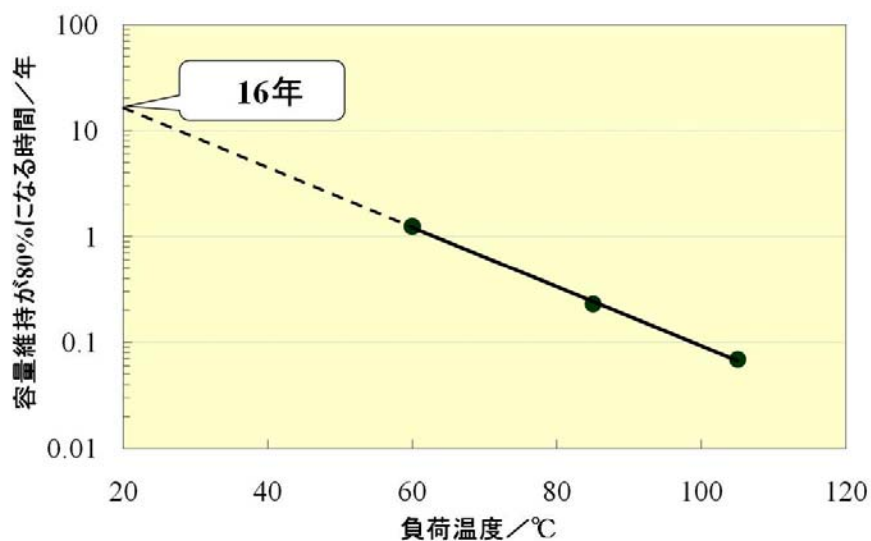


図 III-4 SGCNT キャパシタの推定寿命

また、従来の活性炭キャパシタでは大きく容量が減少してしまう 3.5 V という高い電圧においても、SGCNT キャパシタは容量減少が 10%程度であることが明らかとなり、SGCNT 電極の大きな優位性が確認された(図 III-5)。

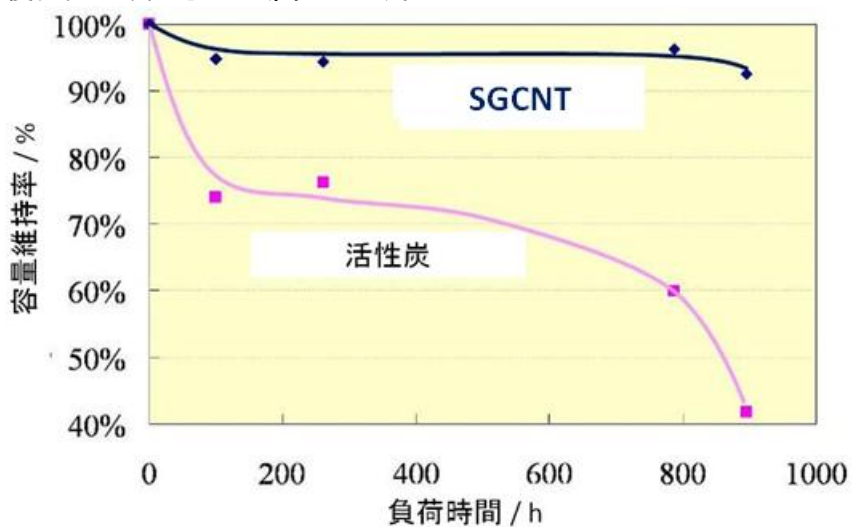


図 III-5 負荷電圧 3.5V における SGCNT キャパシタの特性変化

一連の寿命評価より、仮に 3.5V を SGCNT キャパシタの定格電圧とみなした、下図に示す 40F の SGCNT 積層ラミネートキャパシタ (セル容積 : 3.5cc、セル重量 : 4.2g) (図 III-6) を作製し、中間目標値 (エネルギー密度 : 15 Wh/kg、パワー密度 : 10 kW/kg) を上回る 16 Wh/kg、10 kW/kg を持つキャパシタ作製に成功した。



図 III-6 SGCNT 積層ラミネートキャパシタ

上述したエネルギー密度、パワー密度向上に加え、SGCNT の開口処理による容量密度向上も試みた。具体的には空気酸化処理による開口確認と容量密度向上効果との相関性を検討した。開口 SGCNT 内壁への液含浸が確認できたが、閉口 SGCNT との容量の差異が極めて小さく、内壁利用による容量向上困難が示唆された(図 III-7)。

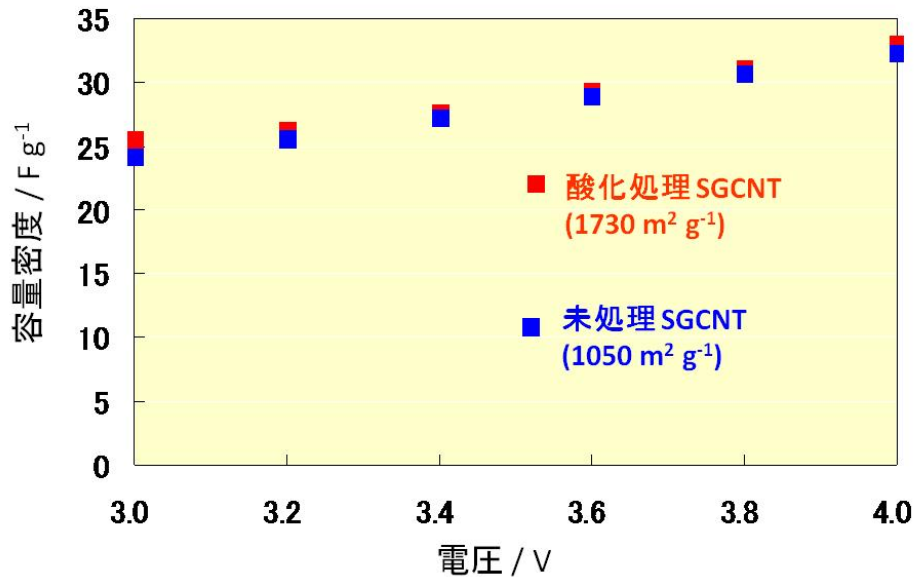


図 III-7 開口処理前後の SGCNT キャパシタの容量密度.

以上より、SGCNT キャパシタは従来の活性炭キャパシタ（定格電圧：2.5V）と比較して、優れた寿命性能を維持しながら、約 2 倍のエネルギー密度・パワー密度を示すことが明らかとなった。

ウ. コンポジット電極の研究開発

正極材料として、無置換フルオレンをモノマーとして、コンポジット電極化を検討した。作製したコンポジット電極は SGCNT 単独電極に比べて約 2 倍の容量密度を示すことを確認した(3 電極系で 200F/g 以上)。さらに、精密に重合したポリフルオレン/SGCNT コンポジット電極を作製し、約 250-350F /g という大きな容量密度を示した。

このコンポジット電極を正極に用い、SGCNT 電極を負極に用いた非対称タイプの評価用レドックスキャパシタを作製した。結果、約 30 Wh/L という大きなエネルギー密度を発現することが明らかになった(図 III-8)。

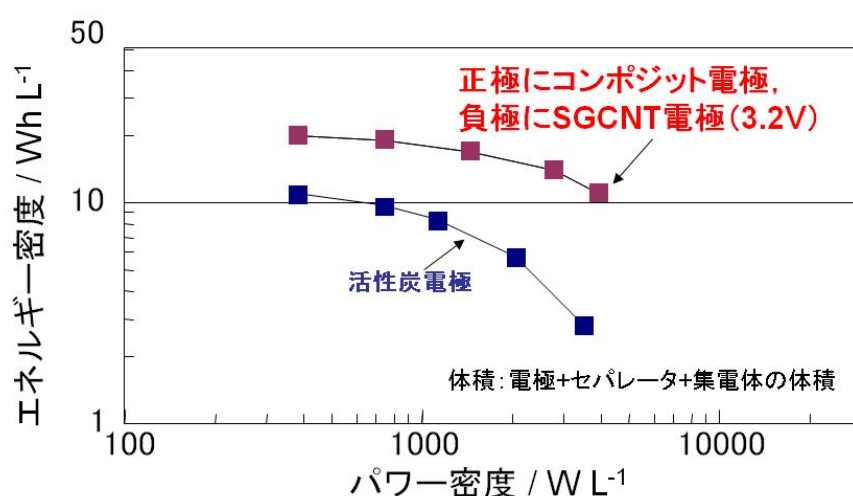
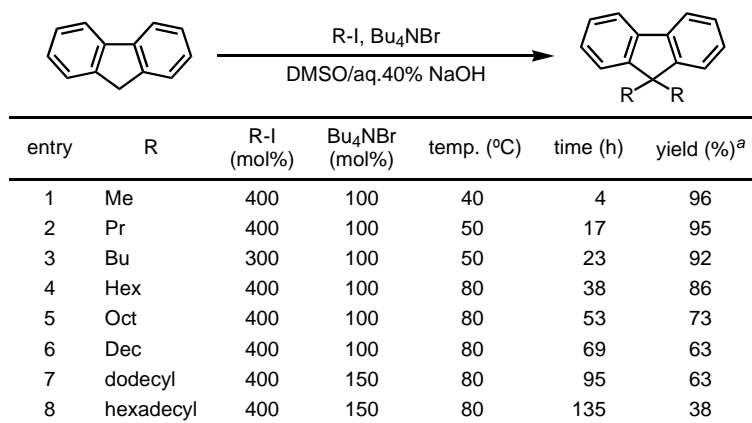


図 III-8 精密重合したポリフルオレン/SGCNT コンポジット電極を正極に用いた非対称タイプのレドックスキャパシタのラゴンプロット (カッコ内: 作動電圧)。

このレドックスキャパシタの寿命特性を評価したところ、1000 時間の電圧負荷後においても活性炭セルの約 2 倍のエネルギー密度を維持することが明らかとなった。さらに、ポリフルオレン、SGCNT ともに高純度化処理により、比較的高温 (60°C) 下での負荷試験でも高い容量維持率 (800 時間後に初期容量の 80%以上) が確認できた。

また、コンポジット電極作製技術開発として、フルオレン骨格をベースとした 9 位置換モノマーの合成 (委託先: 国立大学法人岡山大学) と、その電極特性評価も行った。モノマー合成については下記、9 位 2 置換フルオレンを含む約 40 種類のモノマーを合成した(図 III-9)。合成したモノマーを用いた重合体の中には、無置換フルオレン系に匹敵する容量密度 (200F/g) が得られるものもあることを確認した。



^a Isolated yield.

図 III-9 9,9-ジアルキルフルオレンの合成（一例）。

9,9-ジ置換フルオレン誘導体の合成の一つとして、レドックスポテンシャルのチューニングが可能となったフルオレン-9,9-ジエステル系ポリマーの合成とその電気化学的挙動評価も行った。高い容量密度が期待できる精密重合したフルオレンポリマーと SGCNT とのコンポジット電極を作製し、その電気化学評価を行った。一連のジエステルフルオレン系ポリマーの中で、エチルエステル基を持つフルオレン-9,9-ジエステル系ポリマーと SGCNT とのコンポジット電極は、電解液の分解が起こりにくい電位範囲で n-、p-ドーピング過程を伴う可逆なレドックス反応が確認でき、長寿命のレドックスキャパシタ用負極・正極材料として期待できた。しかしながら、キャパシタ負極材料としての評価したところ、フルオレンモノマーユニット内の 9 位エステル基の悪影響による劣化が示唆された。

ウー2 金属酸化物を用いたコンポジット電極作製技術開発

無機材料を活物質とした検討として、金属酸化物を用いたコンポジット電極作製技術開発を行った（委託先：国立大学法人東京農工大学）。

金属酸化物（RuO₂）ナノ粒子を、電気泳動法や電解析出法により CNT 表面に添着する技術を検討し、CNT に RuO₂ ナノ粒子を高分散担持させることに成功した。得られたコンポジット材料を電気泳動法によりキャパシタ電極に成型した。その電極は水系電解液ではあるが約 700 F/g という高容量密度を発現することが明らかとなった。

本プロジェクトの最も革新的なコンポジット電極開発が、特殊な分散・添着処理により作製したチタン酸リチウム/SGCNT コンポジット材料（nc-LTO/SGCNT）を用いたコンポジット電極開発である。この作製法により得られるコンポジット材料の基材として SGCNT を用いた場合、他のナノカーボン材料（例えばカーボンナノファイバー：CNF）を用いた電極に比べ、キャパシタ負極材料として極めて優れたレート特性を示すことが確認された。加えて、5~20nm の LTO ナノ粒子が SGCNT 表面や内部に高分散された高い LTO 比率の LTO/SGCNT コンポジット材料作製にも成功した。

ウ-3. 革新的電極作製技術による nc-LTO/SGCNT 電極作製及びそれを用いた高性能キャパシタ開発

この材料を本プロジェクトで培った革新的電極作製技術を用いることにより、活物質である LTO が 80%以上充填されたコンポジット電極の作製に成功した（最終目標：電極活物質充填率 80%）。nc-LTO/SGCNT 電極を負極に用いたキャパシタの基礎評価では、従来活性炭電極キャパシタに比べ、電極体積当たりエネルギー密度で最大 4.5 倍、パワー密度で最大 3.8 倍優れていることを確認した。更に、多積層キャパシタを作製したところ、エネルギー密度は 21Wh/kg、パワー密度は 11kW/kg となった（最終目標：エネルギー密度 20Wh/kg、パワー密度 10kW/kg）（図 III-10）。

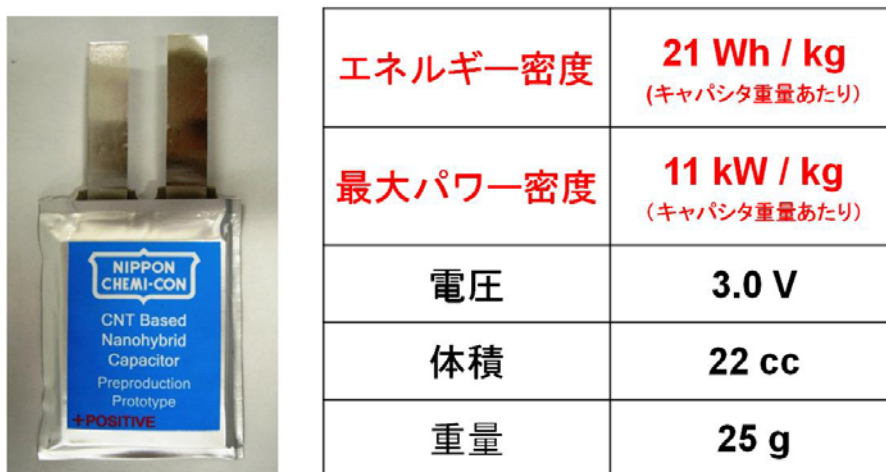


図 III-10 nc-LTO/SGCNT を用いた多積層キャパシタとその特性.

1. 6 プロジェクト成果の位置づけ

CNT キャパシタ開発では、高純度、高配向性、高表面積を有するスーパーグロース法で作製された単層 CNT (SGCNT) を用い、CNT 量産化技術の開発ステージに合わせて、高性能キャパシタを構築してきた。具体的にはキャパシタ設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能をもった新規材料に最適なデバイス製造技術の開発を中心に 5 年計画で推進してきた。その結果、SGCNT を両極に用いた電気二重層キャパシタは、従来活性炭電極と同程度の容量密度を示しながら、より高い耐電圧（～3.5V）を有することで高いエネルギー密度とパワー密度が得られ、今までにない高性能な電気二重層キャパシタの創製に成功した。また、SGCNT を他の活物質と複合したコンポジット材料開発も並行して推進してきた。活物質として、さまざまな蓄電有機・無機材料を検討したが、特に、革新的な分散・添着処理により作製したナノ結晶チタン酸リチウム/SGCNT (nc-LTO/SGCNT) コンポジット材料が、キャパシタ電極材料として極めて有望であることを見出した。この材料を用いたキャパシタは、従来活性炭キャパシタに比べ約 4 倍のエネルギー密度およびパワー密度が得られた。さらに SGCNT 電気二重層キャパシタと比較して SGCNT 使用率を最大 90%まで減少

させても高性能キャパシタが構築可能であったことから、コストも考慮したより実用的なキャパシタ構築が示唆された。

1. 7 全体成果の総括

1. 7. 1 論文発表・特許出願・受賞等の実績

(1) 研究発表・講演

表 III-1

論文 25 報 (査読付き : 19 報)、学会発表 75 件

発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
2006 年 7 月 3 日	ICSM 2006	“Super-Growth” Carbon Nanotubes	二葉ドン
2006 年 7 月 12 日	第 31 回フラーレン・ナノチューブシンポジウム	Highly Efficient, Catalyst Free, and Density Controllable SWNT Forests Synthesized From Wet Fe-Mo Nanoparticle Catalysts by Super-Growth	西野秀和、畠賢治、保田諭、生井竜紀、湯村守雄、飯島澄男
2006 年 7 月 12 日	第 31 回フラーレン・ナノチューブシンポジウム	The Effect of Water in Super-Growth Chemical Vapor Deposition	山田健郎、畠賢治、アラン メニエ、湯田坂雅子、二葉ドン、湯村守雄、飯島澄男
2006 年 7 月 12 日	第 31 回フラーレン・ナノチューブシンポジウム	“Super-Growth: Shape Engineerable Single Walled Carbon Nanotube Bulk Solid”	D. N. Futaba, K. Hata, T. Yamada, T. Hiraoka, K. Mizuno, Y. Hayamizu, T. Namai, Y. Kakudate, O. Tanaike, H. Hatori, K. Miyake, S. Sasaki, M. Yumura, and S. Iijima
2006 年 7 月 12 日	第 31 回フラーレン・ナノチューブシンポジウム	スーパーグロース CVD を用いたガス流量変化による単層カーボンナノチューブの直径制御	保田諭、畠賢治、生井竜紀、二葉ドン、山田健郎、湯村守雄、飯島澄男
2006 年 7 月 12 日	第 31 回フラーレン・ナノチューブシンポジウム	Direct Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotube Forests on Ni-Based Alloys	平岡樹、山田健郎、畠賢治、二葉ドン、倉知宏行、上村左四郎、湯村守雄、飯島澄男

2006年 8月31日	第67回応用物理学会学 術講演会	スーパーグロース法による Fe-Moコロイド触媒を用いた単 層カーボンナノチューブフォレ ストの高純度、密度制御	西野秀和、畠賢治、 保田諭、生井竜紀、 二葉ドン、山田健 郎、湯村守雄、 飯島澄男
2006年8月 31日	第67回応用物理学会学 術講演会	The Effect of Water in Super-Growth Chemical Vapor Deposition	山田健郎、畠賢治、 アラン メニエ、湯 田坂雅子、二葉ド ン、湯村守雄、 飯島澄男
2006年 9月22日	Journal of the American Chemical Society (査読：有)	Synthesis of Single- and Double-Walled Carbon Nanotube Forests on Conducting Metal Foil	Tatsuk Hiraoka, Takeo Yamada, Kenji Hata, Don N. Futaba, Hiroyuki Kurachi, Sashirou Uemura, Motoo Yumura, and Sumio Iijima
2006年 9月26日	The 33rd of Annual Meeting of the FACSS	“Super-Growth” Carbon Nanotubes	Don 二葉
2006年 10月3日	第10回マイクロ・ナノ 先端技術交流会	「スーパーグロース：超効率高 純度単層カーボンナノチューブ の合成からカーボンナノチュー ブ固体とMEMSへの応用」	畠賢治
2006年 10月15日	The 3rd Japan-Korea Symposium on Carbon Nanotubes	Recent Advances in “Super Growth” Synthesis and Applications	山田健郎
2006年 11月26日	nature materials (査読：有)	Shape-engineerable and highly densely packed single-walled carbon nanotubes and their application as super-capacitor electrodes	DON N. FUTABA, KENJI HATA, TAKEO YAMADA, TATSUKI HIRAOKA, YUHEI HAYAMIZU, YOZO KAKUDATE, OSAMU TANAIKE, HIROAKI HATORI, MOTOO YUMURA AND SUMIO IIJIMA
2007年 1月25日	Photonics West 2007	Super Growth: From Highly Efficient Impurity-Free CNT Synthesis to DWNT forests, CNTsolids and Super-Capacitors.	畠賢治, 山田健郎

2007年2月 13日	第32回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Fully-automated CVD system for gram scale production of Super growth SWNTs -A step toward	二葉ドン, 生井竜紀, 平岡樹, 畠賢治, 山田健郎, 湯村守雄, 飯島澄男
2007年2月 13日	第32回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	スーパーグロース単層カーボンナノチューブフォレスト: 1200m ² /g 超の比表面積を有する理想的炭素表面材料	平岡樹, 山田健郎, 畠賢治, 二葉ドン, 宮脇仁, 湯田坂雅子, 湯村守雄, 飯島澄男
2007年3月 1日	ODNN 2007	The Effect of Water in Super-Growth Chemical Vapor Deposition	Takeo Yamada, Kenji Hata, Alan Maigne, Masako Yudasaka, Don N. Futaba, Motoo Yumura, and Sumio Iijima
2007年3月 1日	ODNN 2007	Super-Growth: Shape Engineerable Single Walled Carbon Nanotube Bulk Solid	D. N. Futaba, K. Hata, T. Yamada, T. Hiraoka, K. Mizuno, Y. Hayamizu, T. Namai, Y. Kakudate, O. Tanaike, H. Hatori, K. Miyake, S. Sasaki, M. Yumura, and S. Iijima,
2007年 4月	電気化学会誌(査読:無)	単層カーボンナノチューブの量産化技術の進展	湯村守雄, 畠賢治, 山田健郎, 双葉 Don
2007年 4月	電気化学会誌(査読:無)	スーパーグロースカーボンナノチューブ(SG-SWCNT) キャパシタの開発	末松俊造, 町田健治, 玉光賢次, 羽鳥浩章
2007年 4月	Electrochemistry(査読:有)	Polyfluorene/Carbon Nanocomposite for Electrochemical Capacitors	K. Machida, S. Suematsu, and K. Tamamitsu
2007年 4月9日	MRS Spring07 SYMPOSIUM (Invited)	Super Growth: Mass Production of Catalyst-Free SWNTs, DWNT forests for FEDs, SWNT Solids for Super-Capacitors	K. Hata
2007年 4月19日	Special Seminar (Brigham Young University, Utah, USA)	Super-Growth: From Highly Efficient Impurity Free Carbon Nanotube Synthesis to	T. Yamada

		its Advancements and Applications	
2007年 4月21日	FNANO 07 (Invited)	Recent Advancements and Applications of “Super-Growth” Carbon Nanotubes	K. Hata
2007年 5月	International Conference on Advanced Capacitors	Development of Carbon Nano-tube Capacitor	K. Tamamitsu
2007年 6月15日	CPC 研究	大容量キャパシタの開発	玉光賢次
2007年 7月11日	第33回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Are Catalyst Free SWNT Forests Free From Impurities? - Existence of Graphitic Carbonaceous Impurities	S. Yasuda, T. Hiraoka, Don N. Futaba, M. Yumura, S. Iijima, and K. Hata
2007年 7月13日	第33回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Reinforcement of Epoxy Composite Sheets by Highly-Oriented, Highly-Loaded Single-Walled Carbon Nanotubes	H. Nishino, T. Hiraoka, T. Yamada, Don N. Futaba, and K/i Hata
2007年 7月20日	日本学術振興会ナノプロブテクノロジー第167委員会第47回研究会	CNT デバイスの現状と実用化に向けての課題	島賢治
2007年7月	Journal of Physical Chemistry C (査読：有)	Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Single-Walled Carbon Nanotubes Forests from Colloidal Nanoparticle Catalysts	H. Nishino, S. Yasuda, T. Namai, D. N. Futaba, T. Yamada, M. Yumura, S. Iijima, K. Hata
2007年 7月24日	Advanced Capacitor World Summit (ACWS) 2007	Electrochemical Capacitors for Next Generation Utilizing Nanostructured Electrode Materials	S. Suematsu, K. Machida, and K. Tamamitsu
2007年 9月9日	18-th European Conference on Diamond, Diamond-Like Materials, Carbon Nanotubes and Nitrides (Berlin, Germany) (Invited)	“Super Growth” : Recent Advancements and Mass Production of Catalyst-Free CNT forests	Don N. Futaba
2007年	2007年電気化学秋季大	有機材料/カーボンコンポジット	町田健治, 末松俊

9月20日	会	トの電気化学特性とレドックスキャパシタ	造, 玉光賢次
2007年 9月27日	日本化学会第1回関東支部大会	スーパーグロースカーボンナノチューブの生成と応用	畠賢治
2007年 10月7日	212th ECS Meeting (Washington DC, USA)	"Super Growth": Mass Production of Catalyst-Free Single-Walled Carbon Nanotubes and their use as Super-Capacitors	K. Hata
2007年 10月28日	The 4th Japan-Korea Symposium on Carbon Nanotubes	SWNTs Mass production by Super-Growth CVD and development of applications	K. Hata
2007年 11月26日	MRS-Fall meeting (Boston, USA) (Invited)	"Super Growth": Applications and the Scaling up for Mass Production of Catalyst-Free SWNTs	Don N. Futaba
2007年 11月28日	炭素材料学会年会	単層カーボンナノチューブの高表面積化とキャパシタ電極特性	君塚統, 佐伯進, 山田能生, 棚池修, 山下順也, 二葉ドン, 畠賢治, 羽鳥浩章, 町田健治, 末松俊造, 玉光賢次
2007年 12月11日	17th International Seminar on Double Layer Capacitors & Hybrid Energy Storage Devices	Electrochemical Capacitors for Next Generation Utilizing Nanostructured Electrode Materials	K. Tamamitsu, S. Suematsu, and K. Machida
2008年3月 3日	フラーレン・ナノチューブ学会	比表面積測定による SWNT の純度および割合の評価	二葉ドン, 後藤潤大, 山田健郎, 保田諭, 湯村守雄, 飯嶋澄男, 畠賢治
2008年3月 4日	フラーレン・ナノチューブ学会	テレセントリック光学システムを用いた垂直配向 CNT フォレストの成長の制御と評価	保田諭, 二葉ドン, 湯村守雄, 飯嶋澄男, 畠賢治
2008年 3月13日	表面技術協会第117回講演大会	地球温暖化と電気二重層キャパシタ	内 秀則
2008年4月 14日	INC4	Super Growth: Developing Industrial SWNT Mass Production and its Applications	Satoshi Yasuda, Kenji Hata, Don N. Futaba, Motoo Yumura, Sumio Iijima
2008年 5月13日	Advanced Automotive Battery and	Ultracapacitors for Next Generation Utilizing	S. Suematsu, K. Machida, and K.

	Ultracapacitor Conference and Symposia	Nanostructured Electrode Materials	Tamamitsu
2008年5月27日	New Diamond and Nano Carbons 2008	"Super Growth": Working to Supply the World with Catalyst-Free SWNTs	D. Futaba
2008年6月28日	MSIN08	The development of large scale synthesis of SWNT	Kenji Hata
2008年7月4日	14ICSFS	"Super Growth": Applications and the Scaling up for Mass Production of Catalyst-Free SWNTs	Kenji Hata
2008年7月14日	Carbon' 08 (長野)	Pure Single-Walled Carbon Nanotubes Electrodes for Supercapacitors	H. Hatori, O. Kimizuka, O. Tanaike, J. Yamashita, D. N. Futaba, K. Hata, Y. Yamada, S. Saeki, K. Machida, S. Suematsu and K. Tamamitsu
2008年7月14日	Carbon' 08 (長野)	Single-Walled Carbon Nanotubes with High Surface Area and Their Capacitor Properties	O. Kimizuka, S. Saeki, Y. Yamada, O. Tanaike, J. Yamashita, D. N. Futaba, K. Hata, H. Hatori, K. Machida, S. Suematsu and K. Tamamitsu
2008年8月5日	日本電磁波エネルギー応用学会	Microwave-Assisted Preparation of Poly(fluorene)s by Ni/Pd Catalyzed C-C bond Reaction]	宮本慎平・田中進・杉山順一・町田健治・末松俊造・玉光賢次
2008年8月10日	SPIE Optics + Photonics 2008	"Super growth": Working to Supply the World with Catalyst-Free SWNTs	Don N. Futaba, Kenji Hata
2008年8月	Carbon, 46 (14) (査読: 有)	Electrochemical doping of pure single-walled carbon nanotubes used as supercapacitor electrodes	O. Kimizuka, O. Tanaike, J. Yamashita, T. Hiraoka, D. N. Futaba, K. Hata, K. Machida, S.

			Suematsu, K. Tamamitsu, S. Saeki, Y. Yamada and H. Hatori
2008年9月 4日	第69回応用物理学会学 術講演会	テレセントリック光学系を用い た SWNT 構造体成長のその場観 察と成長機構の解析	保田諭, 二葉ドン, 湯村守雄, 飯島澄 男, 畠賢治
2008年 9月18日	日本化学会第2回 関東支部大会(桐生)	単層カーボンナノチューブ電極 を用いたキャパシタ	羽鳥浩章
2008年 10月10日	Appl. Phys. Lett (査読:有)	Diagnostics and Growth Control of Single-Walled Carbon Nanotube Forests Using a Telecentric Optical System For in-situ Height Monitoring,	Satoshi Yasuda, Don. N. Futaba, Motoo Yumura, Sumio Iijima and Kenji Hata
2008年10 月12日	PRiME 2008	Super-Growth: Recent Advances in the Mass Production and Application of SWNT Forests	Don N. Futaba
2008年 10月15日	Pacific Rim Meeting on Electrochemical Society and Solid-State Science	Polyfluorene/Nanocarbon Composites for Hybrid Redox Capacitors	町田健治
2008年 10月	Journal of Electrochemical Society, 155(12) (査読:有)	High-Voltage Asymmetric Electrochemical Capacitor Based on Polyfluorene Nanocomposite and Activated Carbon	K. Machida, S. Suematsu, S. Ishimoto, and K. Tamamitsu
2008年 11月4日	Nano Letters (査読:有)	Revealing the Secret of Water-Assisted Carbon Nanotube Synthesis by Microscopic Observation of the Interaction of Water on the Catalysts	Takeo Yamada, Alan Maigne, Masako Yudasaka, Kouhei Mizuno, Don Futaba, Motoo Yumura, Sumio Iijima, Kenji Hata
2008年 11月12日	6th Asian Forum on Carbon to Save the Earth 2008 (全州、韓国)	Super capacitors using pure single-walled carbon nanotubes	H. Hatori
2008年 12月9日	18th International Seminar on Double Layer Capacitors & Hybrid Energy Storage Devices	Recent Progress in the Development of the CNT Capacitor	玉光賢次
2008年	第35回	電気化学ドーピングを施した単	君塚 統, 佐伯

12月5日	炭素材料学会年会 (つくば)	層カーボンナノチューブの導電 特性と化学的安定性	進, 棚池 修, 山下 順也, 二葉ドン, 畠 賢治, 羽鳥浩章, 山 田能生, 山田泰弘, 町田健治, 末松俊 造, 玉光賢次
2009年1月	Polymer. J. (査読: 有)	Microwave-Assisted Preparation of Poly(fluorene)s by Ni-Catalyzed Polymerization	S. Miyamoto, S. Tanaka, J. Sugiyama, K. Machida, S. Suematsu and K. Tamamitsu
2009年2月 1日	Nano Letters (査読: 有)	Existence and Kinetics of Graphitic Carbonaceous Impurities in Carbon Nanotube Forests to Assess the Absolute Purity	Satoshi Yasuda, Tatsuki Hiraoka, Don N. Futaba, Takeo Yamada, Motoo Yumura, and Kenji Hata
2009年 3月13日	日本化学会 第89春季年会(2009)	マイクロ波照射によるフルオレ ンポリマーの加速合成	宮本慎平, 田中進, 杉山順一, 町田健 治, 末松俊造, 玉光 賢次
2009年03 月16日	2009 APS March Meeting	Clarifying the Rules for the Highly Efficient Growth of Carbon Nanotubes	Futaba Don, 後藤 潤大, 保田 諭, 山 田 健郎, 湯村 守 雄, 畠 賢治
2009年 3月31日	電気化学会第76回大会	ポリフルオレン/単層カーボン ナノチューブコンポジットの電 気化学特性	町田健治, 堀井大 輔, 末松俊造, 玉光 賢次
2009年 4月1日	化学と工業 (査読: 無)	カーボンナノチューブを用いた 電気化学キャパシタ	羽鳥浩章
2009年 4月2日	第56回応用物理学関係 連合講演会 (筑波大学)	ガスフロー制御による垂直配向 SWNT 構造体の長尺化及び大面 積成長	保田諭、二葉ドン、 湯村守雄、飯島澄 男、畠賢治
2009年 6月15日	Carbon 2009 (仏)	Improved Conductivity of Single-Walled Carbon Nanotubes by Electrochemical Doping	Hiroaki Hatori, Osamu Kimizuka, Osamu Tanaike, Yasuhiro Yamada, Kenji Machida, Shunzo Suematsu, Keneji Tamamitsu, Susumu Saeki,

			Yoshio Yamada
2009年 6月19日	国際ナノファイバーシンポジウム（東工大）	カーボンナノ複合材料の開発最前線—スーパーグロースを中心に—	畠賢治
2009年 6月23日	1st German-Japanese Joint Symposium/ Development and Technology of Carbon Materials (独)	Supercapacitors Using Single-Walled Carbon Nanotubes	Hiroaki Hatori
2009年 8月4日	4th International Conference on Polymer Batteries and Fuel Cells	Electrochemical Capacitors Utilizing Single-Walled Carbon Nanotubes	末松俊造 堀井大輔 玉光賢次 羽鳥浩章
2009年 8月20日	電波新聞（査読：無）	単層カーボンナノチューブを用いた電気二重層キャパシタ開発	末松俊造
2009年 8月21日	Tetrahedron Letters（査読：有）	Synthesis and oxidative polymerization of dialkyl fluorene-9,9-dicarboxylates	Y. Zhang, S. Tu, K. Mitsudo, H. Tanaka, S. Suematsu, K. Machida, D. Horii, S. Ishimoto, K. Tamamitsu
2009年 9月1日	第37回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	General Rules Governing the Highly Efficient Growth of Carbon Nanotubes	Futaba Don, 後藤潤大, 保田 諭, 山田健郎, 湯村 守雄, 畠 賢治
2009年 9月3日	第37回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Advances in Supergrowth - Growth, Application and Devices	畠 賢治
2009年 9月3日	第37回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Super-growth: Low Threshold Voltage, High Uniformity, and High Stability Field Emission from As-Grown Carbon Nanotubes	木村 寛恵, Futaba Don, 山田 健郎, 樋田 竜男, Bin Zhao, 倉知宏行, 上村佐四郎, 湯村 守雄, 畠 賢治
2009年 9月3日	第37回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム	Super-growth: How to Make Fast Growth Even Faster (and keep its quality)	佐藤 潤一, 保田 諭, Futaba Don, 山田 健郎, 湯村 守雄, 畠 賢治
2009年 9月11日	2009年電気化学会秋季大会	カーボンナノチューブキャパシタの開発	玉光賢次, 末松俊造, 堀井大輔, 羽鳥浩章

2009年 9月1日	Advanced Materials (査読: 有)	General Rules Governing the Highly Efficient Growth of Carbon Nanotubes	Don N. Futaba, Jundai Goto, Satoshi Yasuda, Takeo Yamada, Motoo Yumura, and Kenji Hata
2009年 10月4日	216th ECS Meeting: Vienna, Austria	Excellent Life Performance of an Asymmetric Capacitor Based on Polyfluorene/Carbon Nanotube Composites	末松俊造, 町田健治, 堀井大輔, 玉光賢次
2009年 10月31日	Asia Electronics Industry (査読: 無)	NIPPON CHEMI-CON Exploits SG-SWCNT in Crafting First-rate Capacitors	末松俊造 玉光賢次
2009年11月1日	ACN Nano (査読: 有)	Improved and Large Area Singled-Walled Carbon Nanotube Forest Growth by Controlling the Gas Flow Direction	Satoshi Yasuda, Don N. Futaba, Takeo Yamada, Junichi Satou, Akiyoshi Shibuya, Hirokazu Takai, Kouhei Arakawa, Motoo Yumura, and Kenji Hata
2009年 11月1日	Journal of the American Chemical Society (査読: 有)	A Background Level of Oxygen-Containing Aromatics for Synthetic Control of Carbon Nanotube Structure	Don N. Futaba, Jundai Goto, Satoshi Yasuda, Takeo Yamada, Motoo Yumura, and Kenji Hata
2009年 11月10日	月刊 MATERIAL STAGE (査読: 無)	単層カーボンナノチューブのキャパシタ電極利用の可能性	末松俊造 玉光賢次
2009年12月2日	2009 MRS fall meeting	General Rules Governing the Highly Efficient Growth of Carbon Nanotubes	Futaba Don, 後藤潤大, 保田 諭, 山田 健郎, 湯村 守雄, 畠 賢治
2009年 12月2日	2009 MRS Fall Meeting	Electrochemical Capacitors Utilizing Single-Walled Carbon Nanotubes.	玉光賢次, 末松俊造, 堀井大輔, 羽鳥浩章
2010年2月	Advanced Functional Materials (査読: 有)	Compact and light supercapacitor electrodes from a surface-only solid by opened carbon nanotubes with 2200 m ² /g surface area	Tatsuki Hiraoka, Ali Izadi-Najafabadi, Takeo Yamada, Don N. Futaba, Satoshi Yasuda, Osamu

			Tanaike, Hiroaki Hatori, Motoo Yumura, Sumio Iijima and Kenji Hata
2010年 3月18日.	電気化学会第77回大会	フルオレン-2,7-ジボロン酸の 電解重合を利用したポリフルオ レンの合成	芝 拓也, 吐 松, 光藤耕一, 黒星 学, 末松俊造, 堀井 大輔, 玉光賢次, 田 中秀雄
2010年 4月14日	Energy&Fuels (査読: 有)	Hole Opening of Carbon Nanotubes and Their Capacitor Performance	Yasuhiro Yamada, Osamu Kimizuka, Kenji Machida, Shunzo Suematsu, Kenji Tamamitsu, Susumu Saeki, Yoshio Yamada, Noriko Yoshizawa, Osamu Tanaike, Junya Yamashita, Futaba Don, Kenji Hata, and Hiroaki Hatori
2010年6月 1日	2010 International Conference On Advanced Capacitors	Polyfluorene / SWCNT composite for asymmetric redox capacitors	K. Machida, D. Horii, S. Suematsu, K. Tamamitsu,
2010年6月 20日	The Chinese Chemical Society 27th Annual Meeting	Super-Growth Carbon Nanotubes: Synthesis, Mass Production, and Applications	Don Futaba
2010年9月 26日	The 61st Annual Meeting of the International Society of Electrochemistry	Electrochemical Capacitors Utilizing Single-Walled Carbon Nanotubes Suitable for Electrode Materials	S. Suematsu, D. Horii, K. Tamamitsu
2010年12 月	Carbon (査読: 有)	Outer-Specific Surface Area as a Gauge for Absolute Purity of Single-Walled Carbon Nanotube Forests	Don N. Futaba, Jundai Goto, Takeo Yamada, Satoshi Yasuda, Motoo Yumura, Kenji Hata
2010年12 月	CERAMIC DATA BOOK 2010/11	キャパシタ (カーボンナノチュ ーブ)	末松俊造, 玉光賢次
2011年1月 25日	Advanced Automotive Battery Conference	Future generation carbon nanotube-based energy storage	S. Suematsu, D. Horii, S.

	2011	devices	Ishimoto, K. Naoi, K. Tamamitsu
2011年3月	Journal of the American Chemical Society (査読:有)	Macroscopic Wall Number Analysis of Single-Walled, Double-Walled, and Few-Walled Carbon Nanotubes by X-ray Diffraction	Don N. Futaba, Takeo Yamada, Kazufumi Kobashi, Motoo Yumura, and Kenji Hata
2011年	Nano Letters (査読:有)	Gas Dwell Time Control for Rapid and Long Lifetime Growth of SWNT Forests	Satoshi Yasuda, Don N. Futaba, Takeo Yamada, Motoo Yumura and Kenji Hata

(2) 特許

表 III-2

出願特許：38件 (内外国特許：12件)

出願日	受付番号	出願に係る特許等の標題	出願人
2007年 1月12日	特願 2007-005074	カーボンナノチューブ製造方法	産総研
2007年 2月5日	特願 2007-025161	カーボンナノチューブ製造方法及び製造 技術	産総研
2008年 2月4日	PCT/JP2008/0 51749	配向カーボンナノチューブの製造装置及 び製造方法	産総研
2008年 2月4日	12/525719 US	配向カーボンナノチューブの製造装置及 び製造方法	産総研
2008年 2月4日	特願 2008-557096	配向カーボンナノチューブの製造装置お よび製造方法	産総研
2008年 2月19日	PCT/JP2006/3 16137US	電気化学キャパシタ及びそれに用いる電 極材料	産総研
2008年 2月29日	特願 2008-051321	配向カーボンナノチューブ集合体の製造 方法及び製造装置	産総研
2008年 4月16日	特願 2008-107327	カーボンナノチューブ配向構造体の生産 装置及び生産方法	日本ゼオン株式会 社、産総研
2009年 2月10日	特願 2009-029127	カーボンナノチューブ配向集合体生産用 基材及びカーボンナノチューブ配向集 合体の製造方法	日本ゼオン株式会 社、産総研
2009年 2月10日	特願 2009-029128	カーボンナノチューブ配向集合体の製造 装置	日本ゼオン株式会 社、産総研
2009年 2月10日	特願 2009-029129	カーボンナノチューブ配向集合体の製造 装置及び製造方法	日本ゼオン株式会 社、産総研

2009年 2月10日	特願 2009-032149	カーボンナノチューブ配向集合体の生産装置及び生産方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2009年 2月25日	200910004465 (中国)	配向カーボンナノチューブ集合体の製造方法及び製造装置	産総研
2008年 3月26日	特願 2008-81265	複合体電極	日本ケミコン株式会社、産総研
2008年 3月26日	特願 2008-81257	複合体電極	日本ケミコン株式会社、産総研
2008年 4月1日	特願 2008-094343	複合体電極	日本ケミコン株式会社、産総研
2008年 8月12日	特願 2008-208192	電極活物質及びこれを用いた電極	日本ケミコン株式会社、産総研
2009年 7月1日	特願 2009-157226	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置	日本ゼオン株式会社、産総研
2009年 9月24日	特願 2009-218746	カーボンナノチューブ生成用再利用基材及びカーボンナノチューブ生成用基材並びにその製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2009年 10月22日	PCT/JP2009/0 56878	カーボンナノチューブ配向構造体の製造装置及び製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2009年 12月28日	特願 2010-544871	単層カーボンナノチューブ配向集合体の製造方法	産総研
2010年 2月8日	PCT/JP2010/0 00742	カーボンナノチューブ配向集合体生産用基材及びカーボンナノチューブ配向集合体の製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 2月8日	PCT/JP2010/0 00743	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 2月23日	特願 2010-037646	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 3月1日	特願 2010-04450	カーボンナノチューブ配向集合体の製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 2月23日	特願 2010-037646	カーボンナノチューブ配向集合体の生産装置	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 3月1日	特願 2010-044504	カーボンナノチューブ配向集合体の製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 4月9日	特願 2010-090864	カーボンナノチューブ配向集合体の生産装置	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 6月17日	PCT/JP2010/0 60317	カーボンナノチューブの製造装置および製造方法	産総研
2010年 6月17日	PCT/JP2010/0 60318	高比表面積のカーボンナノチューブ集合体の製造方法	産総研
2010年 6月17日	PCT/JP2010/0 60319	高比表面積のカーボンナノチューブ配向集合体の製造方法	産総研
2010年	PCT/JP2010/0	カーボンナノチューブ配向集合体の製造	日本ゼオン株式会

6月29日	61042	装置	社、産総研
2010年 9月29日	特願 2010-219577	カーボンナノチューブ配向集合体の製造方法及びカーボンナノチューブ配向集合体製造用基材	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 12月15日	特願 2010-279237	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置および製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 12月15日	特願 2010-279238	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置および製造方法	日本ゼオン株式会社、産総研
2010年 12月15日	特願 2010-279725	カーボンナノチューブの製造装置および製造方法	産総研
2010年 12月28日	特願 2010-293460	カーボンナノチューブ生成用基材の判定方法およびカーボンナノチューブの製造方法	日本ゼオン株式会社
2010年 6月29日	PCT/JP2010/0 61042	カーボンナノチューブ配向集合体の製造装置	日本ゼオン株式会社、産総研

(3) 受賞実績

表 III-3

受賞 4件

受賞年月日	賞名	業績名	受賞者
2007年4月	平成19年度文部科学大臣表彰若手科学者賞	超高効率単層カーボンナノカーボンナノチューブ合成の研究	畠賢治
2008年10月	第18回つくば奨励賞(若手研究者部門)	スーパーグロース---革新的カーボンナノチューブ合成法	畠賢治
2010年 2月	第6回日本学術振興会賞(日本学術振興会)	カーボンナノチューブ合成の基礎と用途開発への応用に関する研究	畠賢治
2010年 3月	第6回日本学士院学術奨励賞(日本学士院)	カーボンナノチューブ合成の基礎と用途開発への応用に関する研究	畠賢治

1. 7. 2 プレス発表状況

平成18年度のプロジェクト開始からこれまでに、以下の5件の成果に対するプレス発表を実施した。

表 III-4

H18.11.27	日経産業新聞	形状デザイン可能なカーボンナ	Don 二葉, 畠賢治
-----------	--------	----------------	-------------

	化学工業日報 フジサンケイビジネス アイ 毎日新聞, 読売新聞 日本経済新聞 世界日報	ノチューブ高密度固体	
H19. 1. 1	世界日報	カーボンナノチューブ量産技術 の道を開いたスーパーグロース 法	畠賢治
H19. 1/23 ~1/24	世界日報	未来プロジェクト動く-次世代 キャパシタ 上・下	畠賢治
H19. 1/23 ~1/24	日経産業新聞,	未来プロジェクト動く-次世代 キャパシタ 上・下	玉光賢次
H19. 2/7~ 2/12	日経産業新聞 化学工業日報 フジサンケイビジネス アイ 日刊工業新聞 読売新聞 朝日新聞 常陽新聞 NHK 総合 首都圏ネット ワーク	単層カーボンナノチューブの安 価な大量合成を開発	畠賢治, 日本ゼオン 株式会社

「2010 年世界最高のキャパシタ特性を達成『ナノハイブリッドキャパシタ』」、東京農工
大学、2010 年 4 月 12 日(プレスリリース)

1. 7. 3 その他の成果普及について

Nanotech2007、Nanotech2008、Nanotech2009、Nanotech2010、Nanotech2011 に出展し、プ
ロジェクト成果普及に努めた。特に Nanotech2007 においては、ナノテクフェア素材部門賞
を受賞した。

2. 研究開発項目毎の成果

本プロジェクトでは、従来の活性炭を電極に用いたキャパシタに代わり、CNT を用いた耐久性のあるエネルギー密度が 20Wh/kg 以上のキャパシタを開発する。このために、①SGCNT の高配向、高密度化技術並びに製品化に必要とされる CNT 量産化技術および②CNT キャパシタ開発を実施する。以下、①～②についての成果を報告する。

2. 1 研究開発項目①CNT 量産化技術開発

2. 1. 1 開発課題の設定

研究開発項目①では、SGCNT の比表面積、純度、長さ、配向性などの構造を制御しながら量産するための基盤技術を開発する。グラフェンシート構造で構成され、層の数が1層で、外径が1nm～5nm の配向した SGCNT を基板上に構造制御された形で非常に効率良く大量に合成する技術を開発する。層の数を一層と限定するのは、単層 CNT はキャパシタ応用にとって不可欠な物性値である比表面積がもっとも大きいためである。

そのために、以下の研究項目を実施した。

ア. 触媒・助触媒・基板の研究

量産性に向いたできるだけ安価で、信頼性の高い触媒系の開発を行う。

イ. 大面積化 CNT 合成技術の開発

大型基板で均一に SGCNT を合成する CVD 合成技術を開発する。

ウ. 長尺化・高効率 CNT 合成技術の研究

スーパーグロース法の最適化、新しいプロセスの模索、より高活性の触媒開発、触媒失活のメカニズムを解明等により、超寿命の触媒・成長プロセスの開発を通じて、最終目標(10mm)の配向バルク SGCNT 構造体の成長技術を確立する。

エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究

SGCNT 構造体の直径、品質、密度、純度、比表面積を制御する合成技術を開発する。

オ. キャパシタ最適 CNT 探索及び合成技術の研究

構造制御された SGCNT 構造体からキャパシタに最適な SGCNT 構造体の探索・設計・評価を進める。

カ. 単層 CNT 標準化のための計測評価技術の開発

単層 CNT 標準化のための計測評価技術を開発し、得られた結果は、ISO 標準化にむけたワーキングドラフトへと反映させる。

2. 1. 2 開発成果の概要

これまでに次の5つの優れた成果が得られている。()内は実施課題名

(1) 低コスト SGCNT 合成触媒の開発

- (ア. 触媒・助触媒・基板の研究)
- (2) A4、500mm×200mm サイズ基板上での SGCNT 成長技術並びに連続合成装置開発
 - (イ. 大面積化 CNT 合成技術の研究)
 - (3) スーパーグロース法の成長メカニズムを解明し、小型合成炉で収量 10mg/cm²、比表面積 800mg/cm² を達成した。
 - (ウ. 長尺化・高効率 CNT 合成技術の研究)
 - (4) 高密度 SGCNT の合成、並びに SGCNT のバルク評価技術確立。
 - (エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究、
 - カ. 単層 CNT 標準化のための計測技術の開発)
 - (5) キャパシタ用に最適な開口 SGCNT 合成技術確立。
 - (エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究、
 - オ. キャパシタ最適 SGCNT 探索及び合成技術の研究)

得られた成果の概要を以下に示す。

- (1) 低コスト CNT 合成触媒の開発
- (1) - 1 基板

従来スーパーグロース法で基板として使用されていたシリコンウェハを置き換える、低コストでスケラビリティな基板の検討を行った。800°C 近くの温度条件下で、水素還元雰囲気、水分添加による酸化雰囲気に対しての高い耐久性、かつカーボンナノチューブの合成、基板表面のクリーニング条件等のプロセス適性を検討し、安価なニッケル合金基板上での合成に成功した。ニッケル合金上で合成した SGCNT の品質、収量、選択性はシリコンウェハ上と同等であった。すなわち、大きさの制限が少なく、シリコン基板よりもはるかに安価なニッケル合金基板で大量の SGCNT を合成することが可能となった。

一方、金属基板を用いた場合に、CVD 中に基板が大きく変形するという問題が明らかとなった。検討の結果、CVD 中に高温の炭素源ガスに晒され、基板に炭素が浸入することが主原因であると判明した。得られた知見をもとに、基板の両面に保護層を形成することで、炭素の侵入を防止して、基板の変形を抑制する技術を開発した。大型基板 (A4 サイズ) 基板へもこの技術を展開し、基板変形の抑制、変形の発生メカニズムについての知見を得ることができた。

従来の実験室レベルでの研究では、基板は使い捨てが通常であった。しかし、SGCNT 量産では、基板コスト削減のために、基板を再利用して繰り返し使用することを想定している。合成した SGCNT の基板からの剥離回収、基板洗浄プロセスの最適化を実施し、基板を再利用して SGCNT を合成する技術の開発に成功した。この結果をもとに、触媒の製膜、SGCNT 合成・回収、基板洗浄を連続でかつ全自動で繰り返し行える、基板長期耐久試験システムを導入した。このシステムを用いて基板の寿命試験を実施し、長期の基板再利用性を実証できた。

大面積触媒製膜技術、大面積 CVD 合成技術、基板再利用技術を組み合わせて、A4 サイズ

基板での基板再利用技術開発を行った。各プロセスを最適化することで、A4 サイズ基板での基板再利用プロセスの開発に成功し、SGCNT 配向集合体の工業的大量の実現へ前進することができた(図 III-11)。

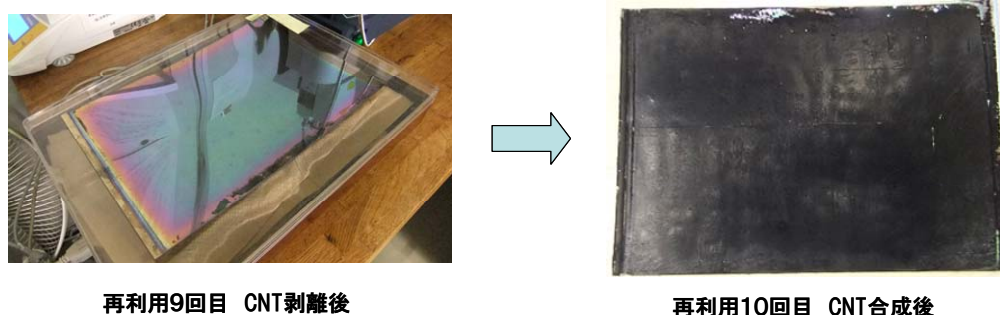


図 III-11 大面積 (A4 サイズ) の再利用基板から得られた SGCNT 配向集合体

(1) - 2 触媒、助触媒

基板に触媒を担持させる方法として、従来のスーパーグローブ法では、スパッタリング等のドライプロセスで行っていた。できるだけ安価で、大面積化に適したプロセス開発のため、塗布法等のウェットプロセスによる触媒形成について検討した。粒径数 nm に制御した金属コロイド触媒を調整し、基板上に塗布法で触媒を形成する手法について検討した。得られた基板を用いてスーパーグローブ法で SGCNT 成長を行い、ドライプロセスで作製した基板と同等の高効率成長を達成した。

触媒としてコロイドの塗布法を開発したが、更に低コストかつ安定性の良い、金属塩溶液を塗布する方法を開発した。また、助触媒は従来スパッタリングで形成していたが、助触媒形成についても金属塩溶液の塗布法による製膜に成功した。助触媒/触媒をウェットプロセスで金属基板上に製膜して、スーパーグローブ法で成長を行い、高純度 (炭素純度 99.9%以上)、高比表面積 (非開口状態で $1000\text{m}^2/\text{g}$ 以上) で、均一に垂直配向した SGCNT 配向集合体を得ることに成功した(図 III-12)。



図 III-12 ウェットプロセス触媒/金属基板で合成した SGCNT 配向集合体

触媒の塗布方法として、従来はスピコーティング法を用いていた。より大面積を塗布可能なバーコーティング等の塗布方法について検討し、A4 サイズの大面積基板に塗布法で触媒を製膜することに成功した。条件を最適化することにより、A4 サイズ面内で、場所に

よらず同品質の SGCNT 配向集合体を合成することができた。これをもとに、塗布法による A4 サイズ触媒基板を生産する体制を整え、プロジェクト期間中にキャパシタ評価用 SGCNT 配向集合体を生産することができた(図 III-13)。

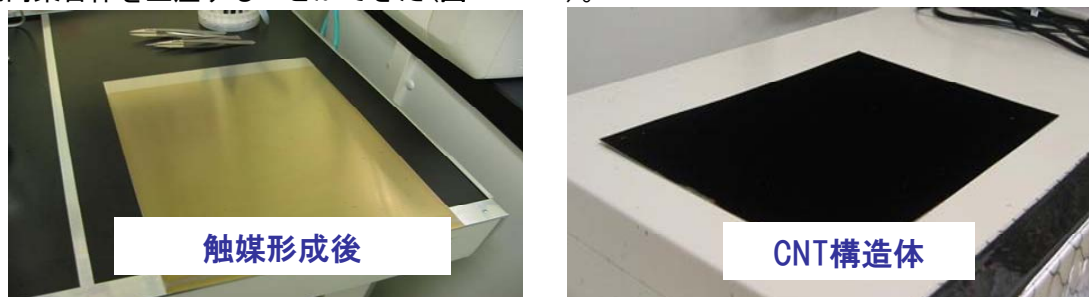


図 III-13 塗布法で作製した大面積 (A4 サイズ) 触媒基板

(2) A4 サイズ基板上での SGCNT 成長技術並びに連続合成装置開発

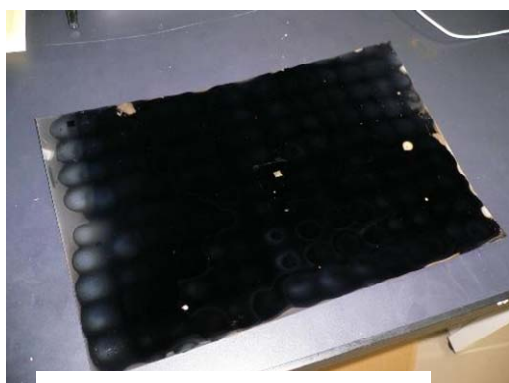
スーパーグロス大面積 CVD 合成装置検討システムを設計・作製し、A4 サイズの金属基板の全面に均一な SGCNT 配向集合体を合成することに成功した。合成された SGCNT は、高純度 (炭素純度 99.9%以上)、高比表面積 (非開口状態で $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上) で、基板垂直方向に配向している。これによって成長面積が従来の 100 倍スケールアップとなり、A4 一枚当たり 1g を生産できる。



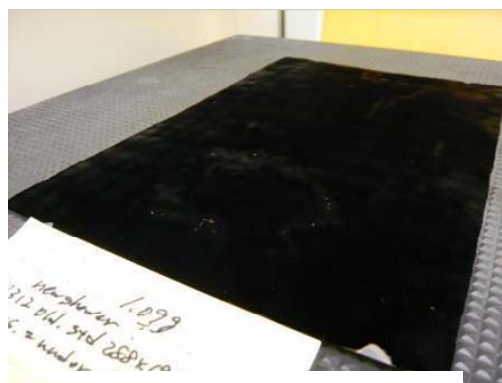
図 III-14 A4 サイズ金属基板上に合成された SGCNT 配向集合体

さらに、原料ガス (キャリアガス、エチレンガスなど) を、より低コストなガス種に代替することで CVD プロセスの低コスト化に成功した。従来、低コストガスを使用した CVD では合成された SGCNT 配向集合体にムラが発生するという課題があったが、ガス供給シャワーの形状を最適設計することでガス流れを精密に制御し、A4 サイズ基板全面に均一な SGCNT 配向集合体を合成することに成功した。

合成された SGCNT は、従来の原料ガスで合成されるものとほぼ同等であり、これによって製造コストを従来の約 1/5 程度に削減を達成した。



従来ガスシャワーで合成した
単層カーボンナノチューブ配向集合体



最適設計したガスシャワーで合成した
単層カーボンナノチューブ配向集合体

図 III-15

また、500mm×200mm サイズの金属基板に対しても SGCNT 配向集合体を合成できるようにスーパーグロス大面積 CVD 合成装置検討システムとガス供給シャワーを改造し、基板全面均一に合成することに成功した。これによって、より生産実機に近いサイズの基板に対しても SGCNT 配向集合体が合成できることを示した(図 III-15)。

大面積化 CNT 合成技術開発で蓄積されたガス制御技術を発展させ、SGCNT 配向集合体を連続的に合成することができる連続 CVD 合成装置を開発した(図 III-16)。流体シミュレーションを活用することによって、SGCNT 合成に最適な独自のガス給排気系を開発し、基板上へ原料ガスを均一に供給し、且つ実験条件を幅広く変更することを可能にした。



図 III-16 連続 CVD 合成装置

連続 CVD 合成装置の実験条件を最適化することにより、従来の小型バッチ炉とほぼ同等の SGCNT 配向集合体を合成することに成功した(図 III-17)。さらに、連続 CVD 合成装置の大型化を可能にするため、装置内部部材の金属化を行い、合成条件の最適化によって金属炉でも石英炉とほぼ同等の成長を達成した。

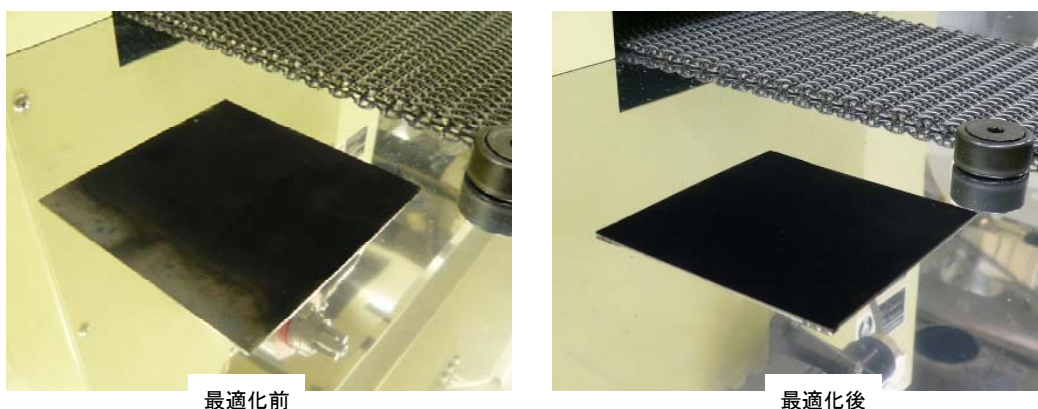
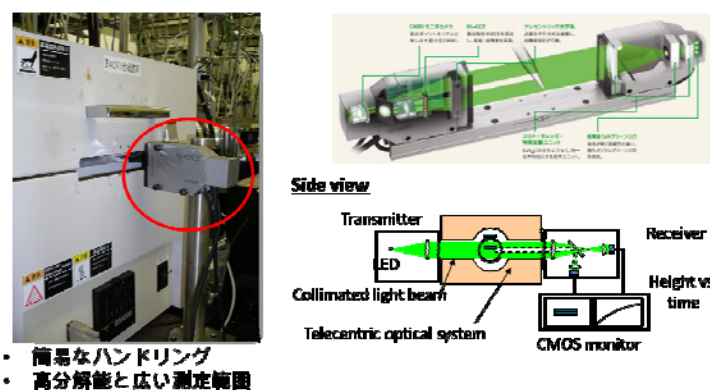


図 III-17 連続 CVD 合成装置で合成した SGCNT 配向集合体

連続 CVD 合成装置で長時間合成を実施した場合、排気管内にタール状の炭素系副生成物が堆積して排気流量が変動し、SGCNT 配向集合体の収量や品質に影響を及ぼすことが判明した。そこである種のガスを排気管内に導入する機構、及び排気流量制御機構を追加することによって、100 時間以上でも安定して SGCNT 配向集合体を合成できる技術の確立に成功した。

(3) スーパーグロス全自動合成装置探索合成部を改良し、in-situ 高さ計測系の構築、in-situ 反応ガス分析系の導入、ガス供給システム改良を行った。



- ・ 簡易なハンドリング
- ・ 高分解能と広い測定範囲

図 III-18 その場高さ測定を可能にする
光照明部付テレセントリック光学系システムの開発

テレセントリック光学系システムは SGCNT 集合体に可視光の平行光を照射し、その影の大きさをテレセントリック光学系を用いた測定部にて測定することによって配向 SGCNT 集合体の成長高さを検出し、その検出値が所定状態になったときに配向 SGCNT 集合体の合成を停止させることができる(図 III-18)。また、成長高さを $1 \mu\text{m}$ の分解能で、数センチまで計測可能な特徴を有し、SGCNT の最適成長条件の探索を容易にした (Appl. Phys. Lett. 93,

143115 (2008))。

また、垂直ガス供給等の手法で、超効率成長を目指した、超高効率 SGCNT 合成装置を設計、立ち上げ、運転を行った(図 III-19)。超高効率 SGCNT 合成装置は、縦型合成炉、スカラーロボット搬送、赤外イメージ炉の採用、FTIR による排ガス分析、高さ計測光学系装備、4 及び 2cm 角試料対応、100 試料を連続運転可能、シャワーガス供給系搭載、全自動重量測定部搭載の仕様を持ち、SGCNT 合成技術開発をハードウェアの面から支えた。



図 III-19 超高効率 SGCNT 合成装置

従来のシリコンウェハのような高価な基板ではなく、比較的安価な材料よりなる基板を用いて、品質に優れた SGCNT を大量且つきわめて安価に製造することについて、鋭意検討を重ねた。CVD 技術として、ナノカーボンチームで独自に開発された、スーパーグロース技術を適応した。スーパーグロース合成法は、基板上で単層 CNT を合成する方法であり、世界最高の成長効率を誇る。基板は、800 度近くの合成温度下で、水素還元雰囲気、水分添加、酸化雰囲気に対して高い耐久性を示し、かつ SGCNT の合成を阻害してはならない。そのような厳しい要求を満たす基板を探すため、鋭意検討を重ねた結果、特定の Ni 基合金よりなる金属基板を用いることにより、特にこれらの箔状又はリボン状のものを用いることにより、所期の目的を達成しうる SGCNT、ないし配向 SGCNT 構造体(フォレスト)が得られることを確認した。特定の Ni 基合金上では、品質、収量、単層 CNT 選択性はシリコン基板と同等であり、スケラービリティがなくかつ非常に高価なシリコン基板を使わずに、従来比 100 分の一の安価な基板で大量の SGCNT を合成することが可能となった(J. Am. Chem. Soc. 128,

13338-13339, (2006))。本結果は日本ゼオンによる、工業用合成基板の開発につながった (図 III-20)。

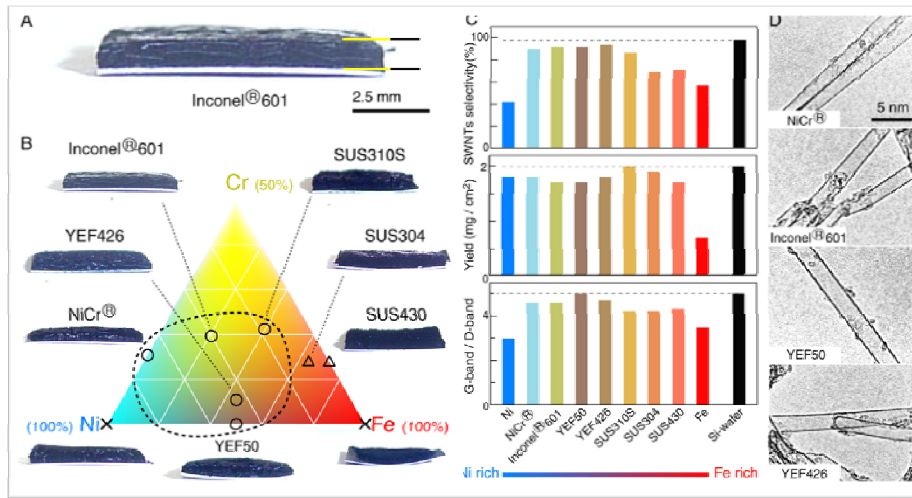


図 III-20 ニッケル合金基板上的の SGCNT 合成

スーパーグローブ法の最適化、新しいプロセスの模索、より高活性の触媒開発、触媒失活のメカニズムの解明等を行った。SGCNT 成長時の触媒を直接観察できる BALL-CVD を開発し、水分の効果を検証した。その結果、水分には触媒を覆って失活させるカーボンを取り除く作用により、触媒を賦活能させることを見いだした。この実験結果から、スーパーグローブ法の化学反応マップを提案した。すなわち、炭素源は、SGCNT、触媒を被毒するカーボンの殻、もしくは炭素不純物になりうる。それぞれの化学反応は、成長寿命、成長速度、SGCNT の純度に対応する (図 III-21)。(Nano Letters, 8 (12), 4288-4292 (2008))

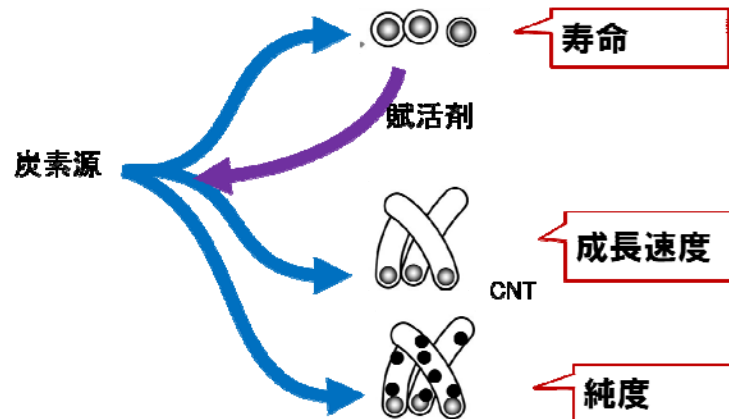


図 III-21 スーパーグローブ法の化学反応マップ

ガスシャワーヘッドを用いて、触媒賦活物質を SGCNT の上面より供給すると、成長が著しく安定し、再現性も向上するのみならず、従来は高々1%程度だった炭素効率が大きく改善し、11%以上になった (基本計画達成) (図 III-22)。これにより、大量かつ安価に単層

CNT を合成する方法が開発された。日本ゼオンに本技術は引き継がれ大面積合成の成功につながった (ACS Nano, 3 (12), 4164-4170 (2009))。

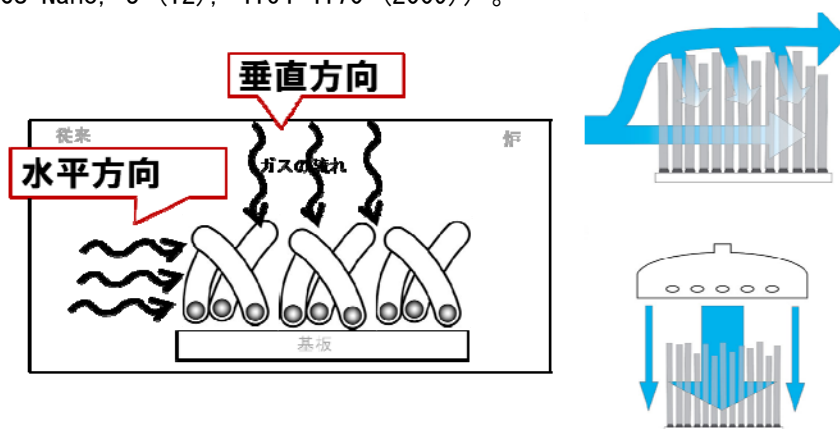


図 III-22 シャワーヘッドから極微量の水分を安定に触媒に供給する技術

触媒寿命が著しく延命し、それを用いた高さ1センチのフォレストの合成に成功した (基本計画達成) (図 III-23)。これは上面から触媒賦活物質を添加したほうが、成長中のすべての時間帯において、すべての触媒により均一にごく微量の水分を安定に供給できるためと考える。

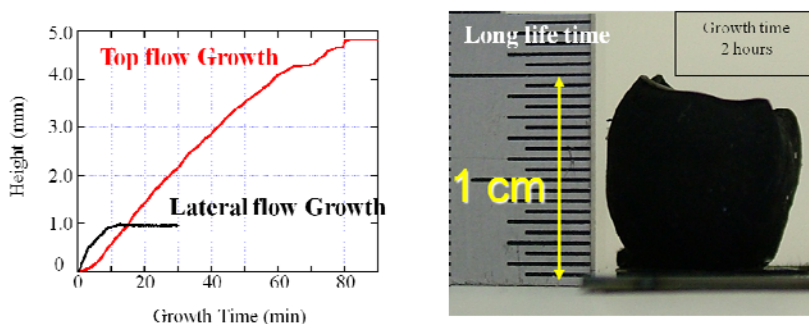


図 III-23 シャワーヘッドで成長の長寿命化と高さ1センチのSGCNT成長に成功

水分以外の触媒賦活物質と高効率成長の可能性を探索し、下記の一般則に従う限り、超高効率成長が可能であることを見出した。① 炭素源には、“酸素”を含んではいけない。② 賦活剤は、“酸素”を含まなければならない。炭素源、賦活剤は独立に制御できなくてはならない。新しい賦活剤により生産速度 $0.1 \text{ g} \cdot \text{h} \cdot \text{cm}^2$ を達成し、最終目標の生産速度 $0.06 \text{ g/h} \cdot \text{cm}^2$ 以上を達成した (Advanced Materials, 21 (47), 4811-4815 (2009)) (図 III-24)

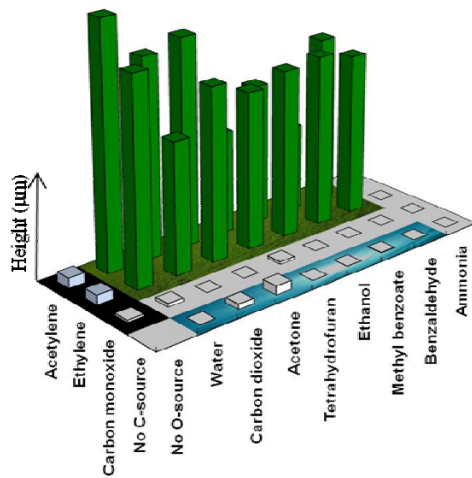


図 III-24 スーパーグロースの一般化

フェニル基を有する触媒賦活物質を用いると、水分では単層 CNT を生成する触媒から、2 層、多層 CNT が合成できることを見いだした。この結果は触媒賦活物質により、SGCNT の構造制御をできることを示している Journal of the American Chemical Society, , 131, 15992-15993 (2009) (図 III-25)。

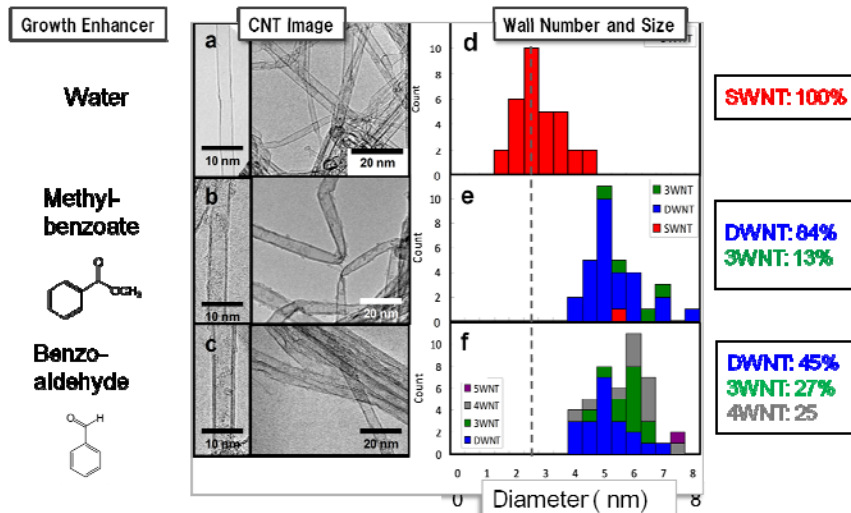


図 III-25 触媒賦活物質による SGCNT 構造制御

SGCNT の原料として用いる炭素源として、炭化水素化合物を、飽和、不飽和、環状、鎖状に分類し、TDN、キシレン、ジシクロペンタジエン、プロパン、ヘキサン、アセチレン、ブタジエン等を用いて SGCNT の合成を試みた。結果として、品質は異なるものの、どの炭素源を用いても同じ単層 CNT (密度, 直径) が合成できることが分かった。ジシクロペンタジエンなどの石油残渣物から SGCNT を合成できることは将来のコストダウンにつながる成果である。

「キャパシタ電極として使用できるコスト」を実現するため、実証プラントで実施可能な合成プロセスで、現在の標準レシピの品質を保持しつつ、収量 (1.5-2.0g/cm²) を向上させることができる新規合成手法の技術開発を行った。開発した新規合成手法を超高速成長 (FAST-CVD) と名付けた (Nano Letters DOI:10.1021/nl201416c) (図 III-26)。

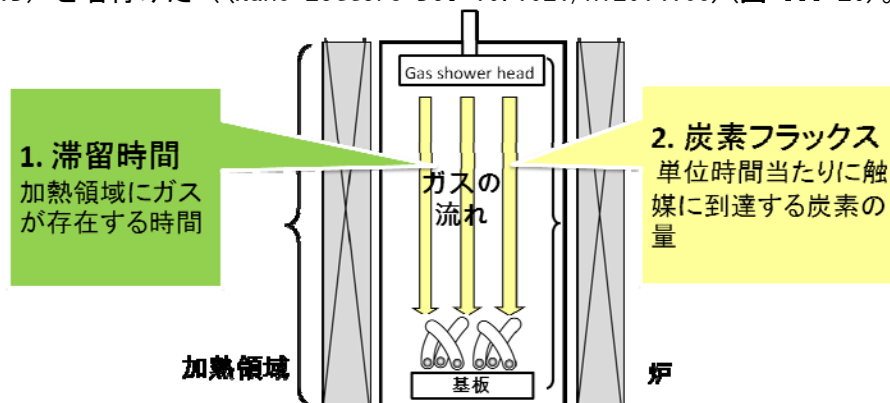


図 III-26 FAST-CVD 模式図

FAST-CVD は、滞留時間と炭素フラックスをパラメータとして最適な量と熱履歴の炭素源を触媒に供給する方法である。ここで、滞留時間とは、加熱領域にガスが存在する時間であり、炭素フラックスは単位時間あたりに触媒に到達する炭素の量である。

FAST-CVD により、原料ガスの熱履歴および単位面積・単位時間あたりに流れる炭素量を示す炭素重量フラックスを最適化することにより高炭素導入雰囲気下で、高速にかつ高炭素効率で、高純度の SGCNT 配向集合体を製造することが可能になった。

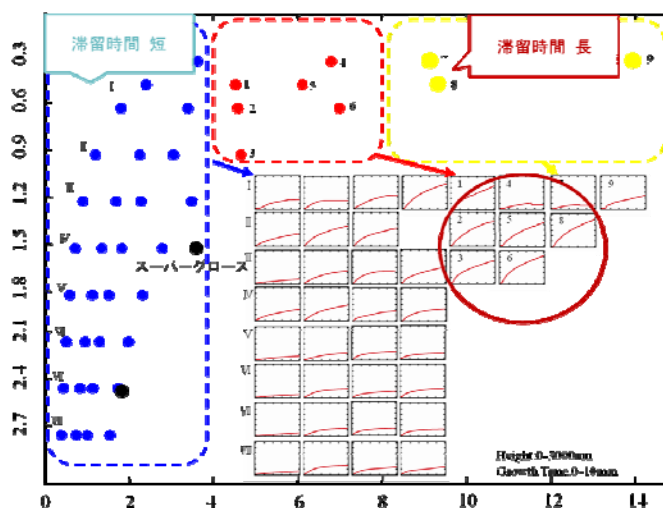


図 III-27 FAST-CVD 実験結果

その結果、品質を維持したまま、収量 (5 倍)、成長速度 (3 倍)、炭素効率 (4 倍) を

達成(図 III-27)。しかし、原因は不明であるが、再現性が成長の回数を増加させると悪化するという課題があった。1年以上にわたる検討にも係わらず、FAST-CVD の長期安定性の課題は解決できなかった。

FAST-CVD の不安定性は、合成炉中での炭素源と水分の反応に起因していると考え、2つの独立ガス流路を持つ、ダブルシャワーシステムを開発した。高収率合成法(Fast-CVD)の安定性と再現性を向上させるため、ガスシミュレーションを行い、合成方法の改善を図った。ガスシミュレーション結果を用い、ガスの乱流を最小限に抑さえ、ガス流束の均一性を最適化する、層流ダブルシャワーをデザインした(図 III-28)。

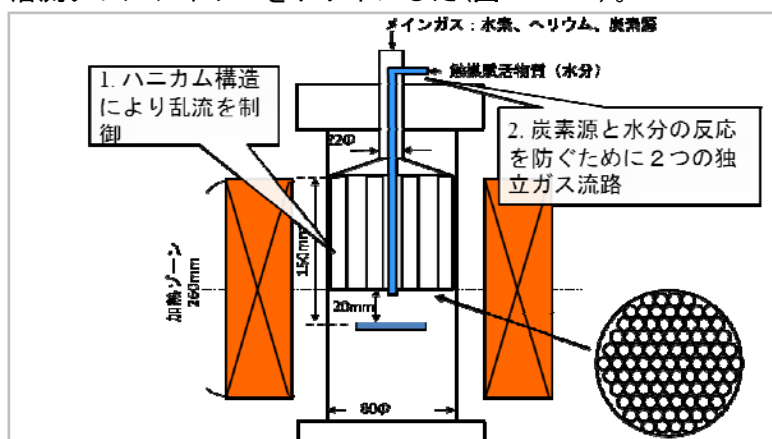


図 III-28 ダブルシャワーと乱流防止手段で炭素源と触媒賦活物質の混合を防止

層流ダブルシャワーを作製し、合成実験を行い、以前のFast-CVD と比して、再現性が向上した。具体的には、40回のサイクルテストにおける収量のばらつきは10%以下を達成した。また、本手法を用いることで、収量も大幅に増加し、比表面積 $1000\text{m}^2/\text{g}$ を保持しつつ $7.6\text{mg}/\text{cm}^2$ の収量を達成した。

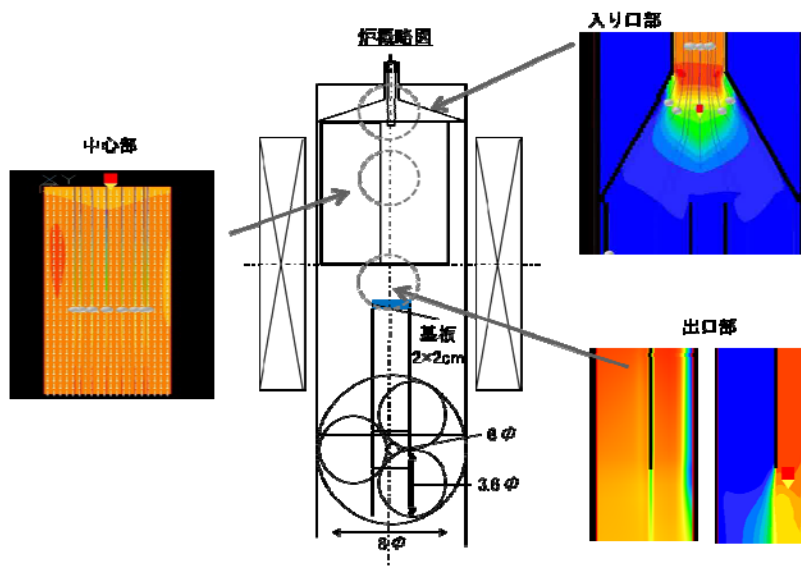


図 III-29 設計したダブルシャワーとガス流のシミュレーション結果

温度及び炭素導入量の最適化、及び層流ダブルシャワーの組合せにより、収量 $10\text{mg}/\text{cm}^2$ 、比表面積 $800\text{mg}/\text{cm}^2$ を達成した。これは、当初の収量の 6 倍以上相当する。

(4)

スーパーグローブ法を用いて合成した、SGCNT 垂直配向構造体中の単層 CNT は、ミリメートル以上の長さ、 $1000\text{m}^2/\text{g}$ の高い比表面積、99.9%以上のカーボン純度を持ち、かつ配向している。しかしながら、成長直後には SGCNT の体積占有率は 4%程度と、非常に密度の低い材料であり、そのままでは、キャパシタ用電極材料に使うことが難しいが、このフォレストの SGCNT を分散させ、ばらばらにして、成型加工してしまうと構造特性が失われてしまう事が問題であった。フォレストの構造特性を損なわずに、高密度化する技術について検討を重ねた結果、直配向構造体を、溶液に浸し乾燥させると、溶媒の表面張力と SGCNT 間のファンデルワールス力により、チューブをくっつけるジッパー効果が発現し、配向したナノチューブを稲穂の束のように高密度化 ($0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上) できることを見出した(図 III-30)。また、非常に弱い外力を本プロセス中に与えると、形状を棒状や、シート状等様々な形に成型することが可能であることを見出した(Nature Material. 5, 987-994, (2006))。

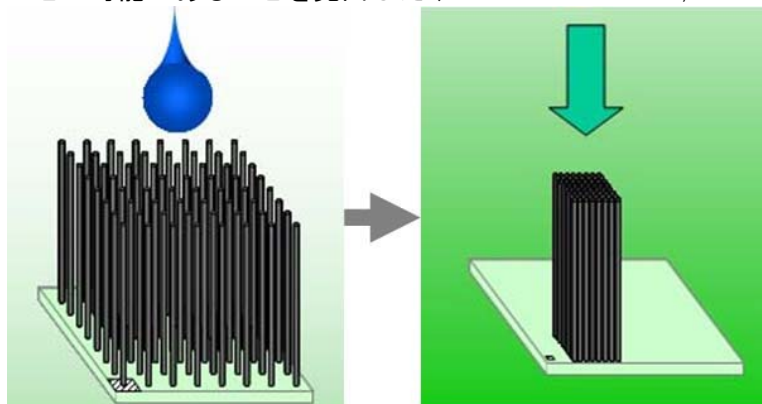


図 III-30 溶媒ジッパー効果によるフォレストの高密度化 (左) と SGCNT 固体 (右) の模式図

本プロセスは、分散・精製等を一切使用しないため、SGCNT にダメージをまったく与えないで、高密度化成型加工ができる。そのため、創製された SGCNT 固体は、SGCNT の本来の特性をそのまま保持し、高い比表面積 $1000\text{m}^2/\text{g}$ 、導電性 ($1\Omega/\square$)、柔軟性 (シート形状の場合折り曲げ可能) を持つ。また、高密度化のため、フォレストと比較して 70 倍強度も増し、グラファイト並みの強度 (Vickers 強度 7-10) を持つ。固体中の SGCNT はミリメートル超えの長尺、99.8%以上のカーボン純度、かつ配向性といったフォレストの優れた特性も

同時に保持している(図 III-31)。

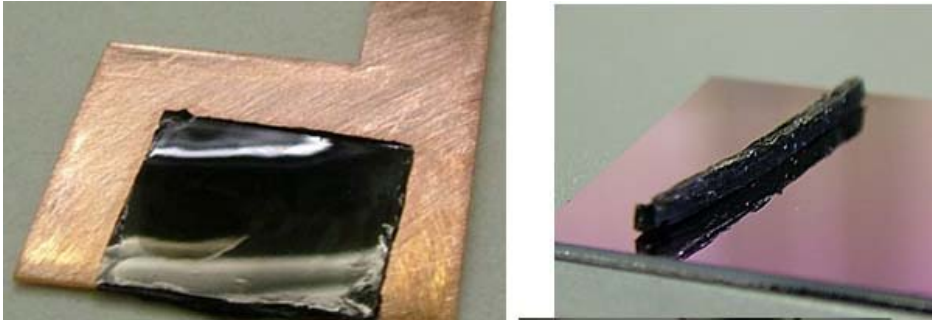


図 III-31 シート状(左)とバー状(右上の SGCNT 固体)

構造制御 CNT 合成技術については、品質制御技術の検討を行った。フォレストに付着するカーボン不純物を同定する方法を提案し、それを用いて、合成中に SGCNT に付着する炭素不純物の量を定量的に評価した(図 III-32)。炭素不純物はべき法則で付着することを発見した。すなわち、一度炭素不純物が付着すると、加速度的に炭素不純物で SGCNT が汚れることが分かった。

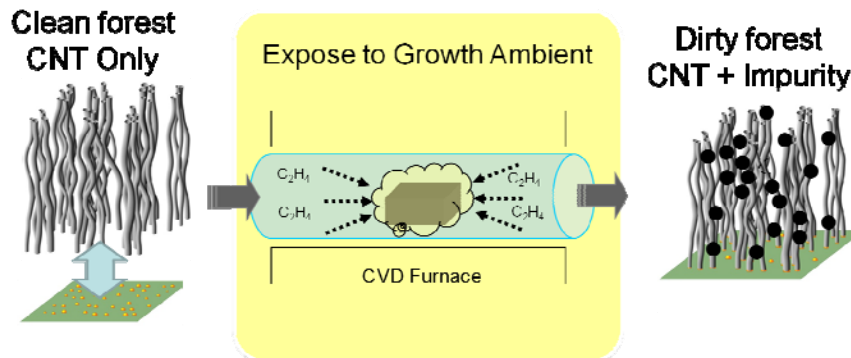


図 III-32 SGCNT 成長と炭素不純物付着を分離する炭素不純物の定量的評価方法

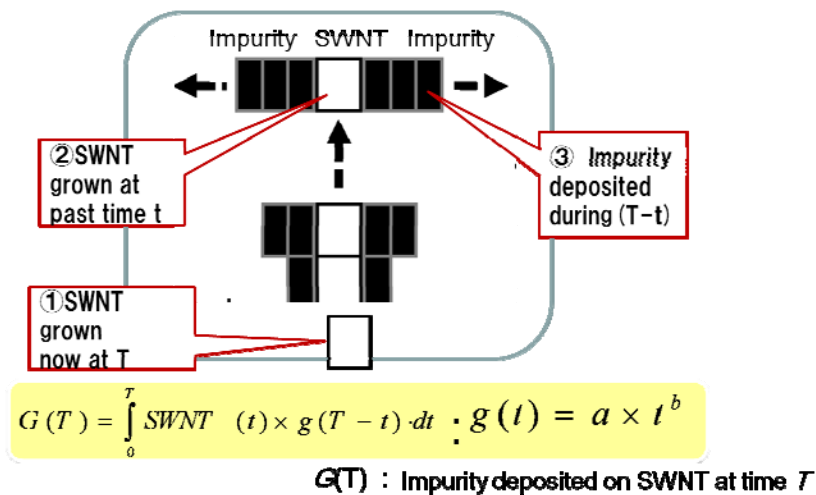


図 III-33 SGCNT 成長下の炭素不純物付着の数理モデル

炭素不純物の付着を記述する数理モデルを提案した(図 III-33)。解析により通常時でのフォレストの SGCNT 純度は 97%と評価された(Nano Letters, 9 (2), 769-773 (2009))。

成長前の触媒形成プロセスの温度、触媒還元水素量、トータルガス流量といった合成条件を変化させることにより、SGCNT 構造体中の、SGCNT のサイズ、密度、高さ、収量の制御を行った。触媒形成プロセス調整で直径制御(1.9~3.2nm)に成功した。

SGCNT の MSDS&スペックシート作成、及び生産管理技術構築を念頭に、簡易かつバルクの評価手法の開発を行った。

・SGCNT の配向度を、SEM 画像のフーリエ変換と、そのヘルマン配向係数の評価により、簡便に定量評価する手法を確立した。SEM 画像をフーリエ変換して、強度プロファイルを導出、ヘルマン係数を計算する方法を構築した(図 III-34)。計算はすべてプログラムで自動化(標準化)した。

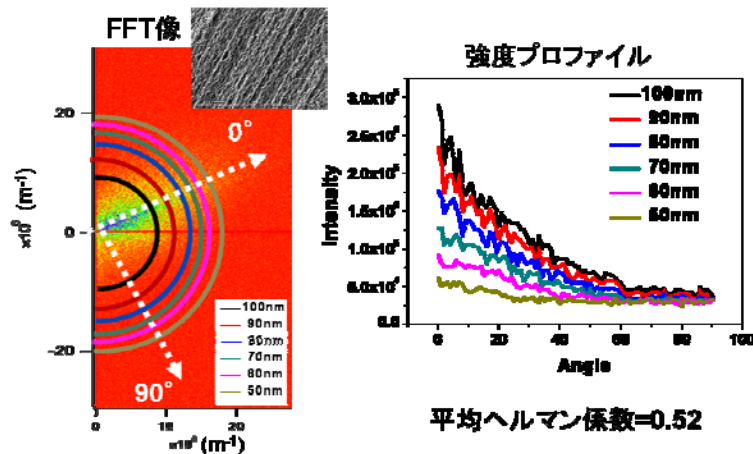


図 III-34 SEM 画像をフーリエ変換して、強度プロファイルを導出ヘルマン係数を計算

・SGCNT の直径分布を、TEM 画像からではなく、FT-IR を用い簡便に評価する手法を確立した。SGCNT(1nm-5nm)の評価法として FTIR を提案した。TEM との比較により、FTIR による直径評価は適切であることを評価し、FTIR の測定精度は、0.1nm 程度であることを見いだした。

・外部比表面積を絶対純度に変換するスケールの導出し 高密度試料・開口試料でも絶対純度を評価可能にした。すなわち SGCNT の純度(単位重量当たりの純度)を、窒素吸着等温線からの外部比表面積の解析により、簡便に評価する手法を確立した。合成された、SGCNT 材料中には、炭素不純物が存在し、炭素不純物により比表面積が大幅に低下する。そこで、SGCNT の成長と不純物付着を分離し、炭素不純物の定量評価を可能にする手法を開発し、

炭素不純物が増加すると 絶対純度と外部比表面積は同様に減少することを見いだした。変換スケールを構築し、外部比表面積を絶対純度に変換することを可能にした (Carbon 48 (2010) 45424) (図 III-35)。

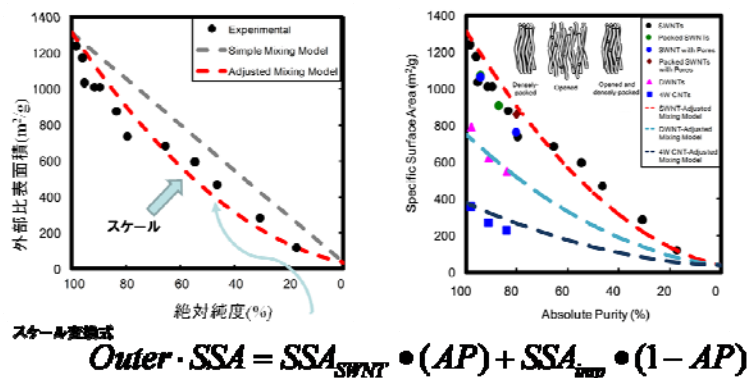


図 III-35 外部比表面積を絶対純度に変換するスケール

・ X 線回折により、XRD による単層率を評価する手法を開発した。

CNT 間の構造を示す (002) ピークに注目し、(002) ピークの形状は CNT の層数に依存することを見いだして、その形状から、単層 CNT 率を導出する方法を構築した (Journal of the American Chemical Society, 133, 5716-5719 (2011)) (図 III-36)。

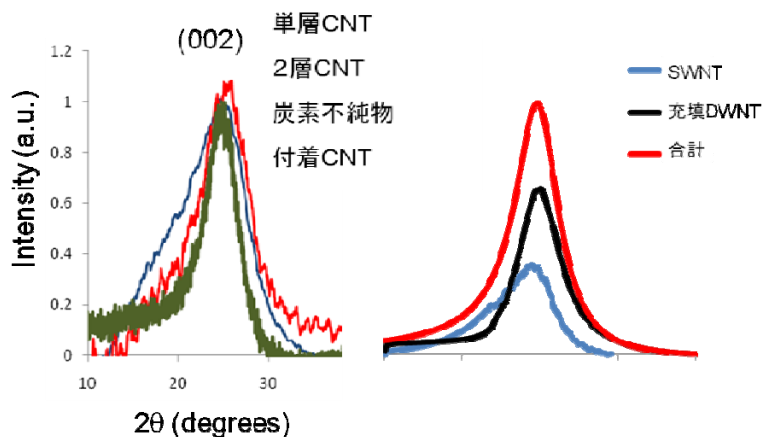


図 III-36 (002) ピークから単層 CNT 率を評価

以上の技術を組み合わせて、SGCNT の想定スペックシートを提案した (図 III-37)。

特性	測定方法	代表的値	バルク	簡易性
比表面積	液体窒素吸着等温線からBET測定	900 m ² /g	○	○
直径	FTIR	2.8 nm	○	○
絶対純度	t-plot 外部表面積	75%	○	○
配向性	ヘルマン係数	0.6-0.8	○	○
炭素純度	国際標準(TG)	99.9%	○	○
長さ	フォレスト高さ	200-400um	○	○
嵩密度	重量/体積	0.03g/cm ²	○	○
単層率	XRD		○	—

図 III-37

評価技術は MSDS、生産・品質管理に用いる予定である。

また、ISO 標準化にむけたワーキングドラフトへと反映を目的として、ナノカーボン応用製品創製プロジェクトで開発された単層カーボンナノチューブを標準物質として、調査・検討・試行を行い、具体的プロトコルの Working Draft (WD) 作成の基礎的データの集積を行った。その結果、下記3件の ISO/TC229 の規格が、日本提案の規格として発行された。

- ・ ISO/TS 10867 (2010 年発行) : Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy
- ・ ISO/TS 11251 (2010 年発行) : Nanotechnologies — Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry
- ・ ISO/TS 10868 (2011 年発行) : Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy

(5)

上記エ. で開発した高密度単層を酸素を用いて開口する技術開発を行った。スーパーグロース法による SGCNT フォレストは 99.5%単層 CNT で構成され、一方向に配向した構造体である。ほかの単層 CNT に比べて直径が大きく、高純度である。これらの特性に注目し、酸化によってナノチューブの先端や壁面に穴をあける「開口処理」を行い、比表面積を増大させることを試みた。空気中の酸素によって SGCNT フォレストを酸化させることとし、乾燥空気中で 1°C/分の速度で加熱し、高温による酸化によって開口処理を行った。加熱温度は 350°C から 600°C である (Advanced Functional Materials, 20 (3), 422-428 (2010))。

比表面積の測定には、窒素分子の吸着現象を利用した Brunauer-Emmett-Teller (BET) 法

を用いた。空気酸化により開口処理した試料の比表面積は 500 °Cまで加熱して開口処理を行った試料では、顕著な重量減少、すなわち SGCNT の燃焼による減量がほとんどみられない。しかも、その比表面積は 2240 m²/g と、未処理試料の比表面積 1300 m²/g から大幅に増大していた（基本計画達成）。理論値（2630 m²/g）との比較から、SGCNT の炭素原子のうち約 85%が表面原子として作用していると考えられる（図 III-38）。

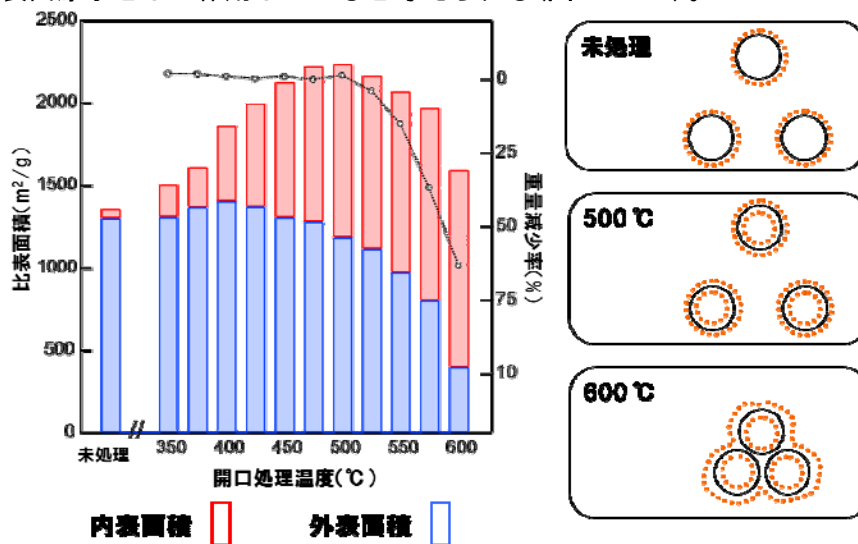


図 III-38 希釈酸素を用いた SGCNT の開口技術と比表面積

SGCNT 配向構造体は、溶媒によって処理することで高密度化することができる。高密度化した SGCNT 配向構造体（通称：SGCNT 固体）についても同様の開口処理を行ったところ、その比表面積は 2190 m²/g となった。（なお、単位体積あたりに換算すると 1310 m²/cm³となる。）

いずれの SGCNT 試料の比表面積も、市販の多孔質シリカ（SBA-15、750 m²/g）や、活性炭（YP17、1700 m²/g）と比較して十分大きな表面積であるといえる。

今回開発した材料の、キャパシタの電極としての性能を調べた。加熱温度の異なる材料を電極として、テトラフルオロ酸テトラメチルアンモニウム／炭酸プロピレンを電解質として用いた場合、525°Cに加熱した電極でエネルギー密度 24.7Wh/kg、パワー密度 98.9kW/kgを示した。これは従来の活性炭電極を用いたキャパシタ（16.9Wh/kg, 35.7kW/kg）や、比表面積が小さく、純度の低い CNT を用いた高性能キャパシタより良い性能であり、電気自動車用途をはじめとした蓄電デバイスへの応用が期待できる。

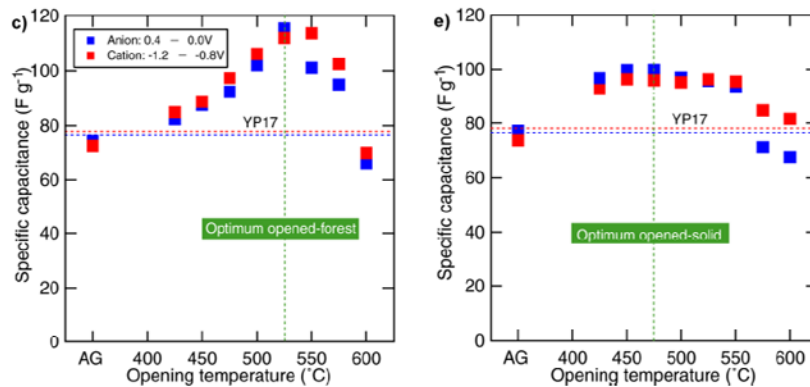


図 III-39

窒素分子を用いて測定した比表面積が最大となる加熱温度（500 °C）と、電解質イオンを用いて試作したキャパシタの性能が最高となる加熱温度（525 °C）が異なるのは、酸化によって SGCNT 壁面に生じる開口部の大きさが高温での処理の方が広がり、より大きな分子に適したサイズになったためと推察できる。これは、開口処理の条件をコントロールすることで、SGCNT 内部に貯蔵する物質を選択できる可能性を示唆する(図 III-39)。

2. 1. 3 成果のまとめと今後の展開

(成果の達成度)

2) 基本計画に示す中間目標・最終目標に対する達成度

ア. 触媒・助触媒・基板の研究

: 最終目標に対して 100 %

イ. 大面積化 CNT 合成技術の研究

: 最終目標に対して 100 %

ウ. 長尺化・高効率 CNT 合成技術の研究

: 最終目標に対して 100 %

エ. 構造制御 CNT 合成技術の研究

: 最終目標に対して 100 %

オ. 最適 CNT 探索及び合成技術の研究

: 最終目標に対して 100%

(まとめ)

1) 触媒技術、キャリアガスの低コスト化、連続合成について、大幅な進展が見られた。

触媒については、従来の鉄のスputタリングに対して、Fe コロイドを用いたウェットプロセスで鉄の超微粒子を形成し、従来の鉄のスputタリングと同等レベルの SGCNT の合成を確認した。また、ウェットプロセスを更に発展させ、安定性に優れる

触媒塗工液を開発、リサイクル基板での SGCNT の合成を確認した。

- 2) ウェットプロセスの品質均一化のため、塗工液に最適な塗工法を開発し、ウェットコートでも A4 サイズで均一な SGCNT 合成が出来ることを確認した。さらに、メッシュ連続 CVD 合成装置での CNT 合成も確認した。
- 3) 触媒を形成した基板をメッシュベルトに乗せるだけで、エチレンからの SGCNT 合成を連続的に行うことのできる連続 CVD 合成装置の設計と製作を完成させた。さらに、連続 CVD 合成装置の実験条件を最適化することにより、従来の小型バッチ炉とほぼ同等の SGCNT 配向集合体を合成することに成功した。
- 4) SGCNT を溶媒により、高密度化する技術、酸素のより開口し、比表面積を増加させる技術が開発され、CNT キャパシタ開発に寄与した。また、スーパーグローブ法によって合成される SGCNT の特長を評価する各種計測法が構築され、生産管理、およびスペックシートに資すると想定される。

これらの技術によって、キャパシタに対応できる低コスト化と量産供給の事業化可能性が見えてきた。

(今後の展開)

キャパシタの電極材料として使用するためには、未だ生産製造費が高価であるため、より一層の超高効率成長による低コスト化を図る必要がある。また、SGCNT 合成を毎回、安定した収量で再現性良く合成を可能にする成長安定化の技術や、再利用プロセスを安定化する技術開発も低コスト化にとって重要な鍵となる。このように、SGCNT の生産性を向上させてコストを低減させるためにも、連続 CVD 合成装置を用いた SGCNT 合成の高収率化及び品質、再利用プロセスの安定化が必須の技術課題となる。そこで上記技術課題を踏まえ以下の研究開発を行う。

[高収率化]

- ・ 超高速成長技術等を改良して、さらなる高収率化技術を開発する。
- ・ 連続 CVD 合成装置に超高速成長技術等を導入することにより、大面積かつ連続で SGCNT 生産量を向上させる技術を確立する。

[安定化]

- ・ リサイクルプロセス中での基板変形のメカニズムに関する知見を得て、数十回の SGCNT 成長でも変形せず安定して再利用可能な大面積基板リサイクル技術を開発する。
- ・ 連続 CVD 合成装置を活用し、SGCNT の合成量・品質の安定化プロセスの開発を行う。

2. 2 研究開発項目②CNT キャパシタ開発

2. 2. 1 開発課題の設定

研究開発項目②では、CNT 量産化技術の開発ステージに合わせて、高エネルギー密度・高パワー密度・良好な寿命特性を有する CNT キャパシタの開発を目指す。CNT の中で最も比表面積が高く、高い容量密度が期待できる SGCNT を電極材料としたキャパシタデバイス製造技術の開発、高作動電圧化などの高性能化技術開発、さらに高エネルギー密度に特化したコンポジット電極を用いたキャパシタ開発を行う。

そのために、以下の研究項目を実施した。

ア. デバイス製造技術の開発

セル設計、集電体開発、電極接合技術の開発など、革新的性能が期待できる SGCNT に最適なデバイス製造技術の開発を行う。

イ. 高性能化技術開発

高作動電圧化を実現するため、デバイス劣化機構の解明、電解液や電極界面構造の選択・設計・評価などを技術課題とする。

ウ. コンポジット電極の研究開発

電気化学的な酸化還元（レドックス）反応を利用して電荷を貯蔵・放出する電極活物質と単層 CNT との複合化により、高エネルギー密度電極として有望なコンポジット電極の開発を行う。

平成 18-20 年度においては、SGCNT のキャパシタ電極材料開発とコンポジット電極用活物質の開発に重点を置いた。平成 21 - 22 年度においては、平成 18-20 年度までに開発した電極を用いた大容量・高性能キャパシタ開発に重点を置いた。また、中間評価結果の対応として特にコンポジット電極及びそれらを用いた高性能キャパシタの開発に注力した。

2. 2. 2 開発成果の概要

これまでに次の 6 つの優れた成果が得られている。

- (1) 革新的な電極作製方法の開発
- (2) 高パワーキャパシタ
- (3) 大型 SGCNT シート作製技術の開発
- (4) 高電圧下 (3.0V 以上) における信頼性評価
- (5) 大容量コンポジット電極
- (6) 革新的なコンポジット電極材料の開発及びそれらを用いた高性能キャパシタ開発

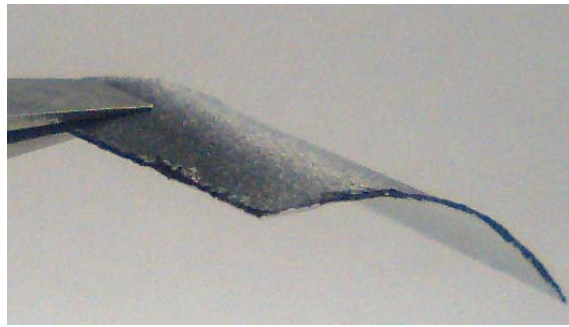


図 III-40 バインダーフリーSGCNT キャパシタ電極

得られた成果の概要を以下に示す。

(1) 革新的な電極作製方法の開発

集電体と単層 CNT (SGCNT) との接合技術の開発を検討した。紙漉法により SGCNT フレークをシート化した SGCNT ペーパーや、垂直配向した基板成長 SGCNT 構造体を、革新的な電極作製技術により接着剤フリーで接合することに成功した。接合した電極はキャパシタとして作動可能であり、低抵抗であることが分かった。また、電極化してもある程度の配向状態を維持していることも分かった (図 III-40)

(2) 高パワーキャパシタ

ラミネートセルにて SGCNT ペーパー電極と SGCNT 構造体電極を比較した。結果、SGCNT 構造体電極キャパシタは SGCNT ペーパー電極キャパシタに比べて約 1.5 倍のパワー密度を示すことが明らかになった。電子移動抵抗、イオン拡散抵抗の両方が低減されたためであることが分かった。最も高いパワー密度を示した SGCNT 構造体電極キャパシタは、従来の活性炭電極を用いたキャパシタに比べ 2 倍以上のパワー密度であることが明らかとなった。

(3) 大型 SGCNT シート作製技術の開発

均一な大型 SGCNT シート作製を検討した。シート作製の条件検討により、集電体との良好な接着性を示す均一な大型 (200mm Φ) SGCNT シートの作製が可能となった。この SGCNT シート作製技術とこれまでに確立した集電体接合技術により、1.96 Ω F の時定数が得られる SGCNT キャパシタ作製に成功した (最終目標: 時定数 2 Ω F 以下)。また、400 μ m 以上の厚みを有する SGCNT 電極も作製可能となり、電極体積占有率が 90% を超える SGCNT キャパシタ作製にも成功した (最終目標: 電極体積占有率 90%)。加えて、大型 SGCNT 電極作製技術を基に 1000F 級 SGCNT キャパシタ作製を試みたところ、1400F の容量が得られる大容量 SGCNT キャパシタも作製できた。

(4) 高電圧下 (3.0V 以上) における信頼性評価

セルの寿命に関する評価検討において、産業技術総合研究所と共同で量産 SGCNT の金属不純物の除去検討を行ったところ、SGCNT の高純度化処理を行うことでキャパシタの

漏れ電流が大幅に低減されるのを確認した。高純度化した SGCNT を用いたキャパシタは、従来の活性炭キャパシタと比較して、3.0V 以上の電圧負荷試験において極めて良好な寿命特性を示した。加えて、3.0V における複数の異なる電圧負荷温度での SGCNT キャパシタの寿命試験より、60°C~105°Cにおいてアレニウス則が成り立つことが確認され、常温（20°C）で約 16 年の寿命が推定された（最終目標：15 年以上の寿命）。

（5）大容量コンポジット電極

無置換フルオレンをモノマーに用いたコンポジット電極の作製検討を行った。作製したコンポジット電極は SGCNT 単独電極に比べて約 2 倍の容量密度を示すことを確認した（200F/g 以上）。次に、精密重合したポリフルオレンを合成することに成功した。そのポリフルオレン/SGCNT コンポジット電極は、約 250-350F /g という大きな容量密度を示した。

また、無機の活物質材料である RuO₂ ナノ粒子を SGCNT フレークに高分散したコンポジット材料を作製した。それを電気泳動法によりキャパシタ電極に成型した。その電極は水系電解液ではあるが約 700 F/g という高容量密度を発現することが明らかとなった。

（6）革新的なコンポジット電極材料の開発及びそれを用いた高性能キャパシタ開発

特殊な分散・添着処理により作製したチタン酸リチウム/SGCNT コンポジット材料（nc-LTO/ SGCNT）が、他のナノカーボン材料を基材に用いた LTO コンポジット電極に比べ、キャパシタ負極材料として極めて優れたレート特性を示すことが確認された。加えて、5~20nm の LTO ナノ粒子が SGCNT 表面や内部に高分散された高い LTO 比率（80%以上）の nc-LTO/SGCNT コンポジット材料作製にも成功した。この材料を本プロジェクトで培った革新的電極作製技術を用いることにより、活物質である LTO が 80%以上充填されたコンポジット電極の作製に成功した（最終目標：電極活物質充填率 80%）。nc-LTO/SGCNT 電極を負極に用いたキャパシタの基礎評価では、従来活性炭電極キャパシタに比べ、電極体積当たりエネルギー密度で最大 4.5 倍、パワー密度で最大 3.8 倍優れていることを確認した。更に、多積層キャパシタを作製したところ、エネルギー密度は 21Wh/kg、パワー密度は 11kW/kg となった（最終目標：エネルギー密度 20Wh/kg、パワー密度 10kW/kg）。

2. 2. 3 成果のまとめと今後の展開

（成果の達成度）

- ア. デバイス製造技術の開発：最終目標に対して 100 %
- イ. 高性能化技術開発：最終目標に対して 100%
- ウ. コンポジット電極の研究開発：最終目標に対して 100%

(まとめ)

- 1) 紙漉法により SGCNT フレークをシート化した SGCNT ペーパーや、垂直配向した基板成長 SGCNT 構造体を、革新的な電極作製技術により接着剤フリーで接合することに成功した。接合した電極はキャパシタとして作動可能であり、低抵抗であった。また、電極化してもある程度の配向状態を維持していることも分かった。
- 2) 最も高い出力密度を示した SGCNT 構造体電極キャパシタは、従来の活性炭電極を用いたキャパシタに比べ2倍以上の出力密度であることが明らかとなった。
- 3) シート作製の条件検討により、均一で集電体との接合性の良い大型(200mm Φ) SGCNT シートの作製が可能となった。この SGCNT シート作製技術とこれまでに確立した集電体接合技術により、1.96 Ω F の時定数が得られる SGCNT キャパシタ作製に成功した。また、400 μ m 以上の厚みを有する SGCNT 電極も作製可能となり、電極体積占有率が 90% を超える SGCNT キャパシタ作製にも成功した。加えて、1400F の容量が得られる大容量 SGCNT キャパシタが作製できた。
- 4) 高純度化した SGCNT を用いたキャパシタが従来の活性炭キャパシタと比較して、3.0V 以上の電圧負荷試験において極めて良好な寿命特性を示した。また、3.0V おける複数の異なる電圧負荷温度での SGCNT キャパシタの寿命試験より、60 $^{\circ}$ C \sim 105 $^{\circ}$ Cにおいてアレニウス則が成り立つことが確認され、常温(20 $^{\circ}$ C)で約16年の寿命が推定された。
- 5) 精密重合したポリフルオレンの作製に成功した。そのポリフルオレンと SGCNT フレークを複合化させたコンポジット電極は、約 250-350F/g という大きな容量密度を示した。
- 6) 特殊な分散・添着処理により作製した nc-LTO/SGCNT コンポジット材料がキャパシタ電極材料として極めて有望であることを見出した。この材料を本プロジェクトで培った革新的電極作製技術を用いることにより、活物質である LTO が 80%以上充填されたコンポジット電極の作製に成功した。更に、多積層キャパシタを作製したところ、エネルギー密度は 21Wh/kg、パワー密度は 11kW/kg となった。

(今後の展開)

CNT キャパシタ開発では、高純度、高配向性、高表面積を有するスーパーグローブ法で作製された SGCNT を用い、CNT 量産化技術の開発ステージに合わせて、高性能キャパシタを構築してきた。

SGCNT を両極に用いた電気二重層キャパシタの開発においては、従来活性炭電極と同程度の容量密度を示しながら、より高い耐電圧(\sim 3.5V)を有することで高いエネルギー密度とパワー密度が得られ、今までにない高性能な電気二重層キャパシタの創製に成功した。

SGCNT を他の活物質と複合したコンポジット材料開発においては、革新的な分散・添着処理により作製した nc-LTO/SGCNT コンポジット材料が、キャパシタ電極材料として極め

て有望であることを見出した。この材料を用いたキャパシタは、従来活性炭キャパシタに比べ約 4 倍のエネルギー密度およびパワー密度が得られた。さらに SGCNT 電気二重層キャパシタと比較して SGCNT 使用率を最大 90%まで減少させても高性能キャパシタが構築可能であったことから、コストも考慮したより実用的なキャパシタ構築が示唆された。

今後は、この nc-LTO/ SGCNT 材料を用いた実用レベルでの高性能キャパシタ試作品を製作・評価し、大容量キャパシタとしての有用性を確認していく。その後、SGCNT コストの低下と共に電極中の SGCNT 含有量を引き上げることで、SGCNT 含有量の高い、より高性能なキャパシタの製造を試みていく。

IV. 実用化、事業化の見通しについて

①CNT 量産化技術開発

本プロジェクト全体の最終目標は、SGCNT を利用したキャパシタの実用化であり、CNT 量産化技術開発は、実用化において競争力のあるコスト、量産供給を可能とする SGCNT 製造プロセスの要素技術開発を目標としている。

本プロジェクトスタート時点での、SGCNT の技術は、従来の単層 CNT との比較で、長さ、成長速度、触媒効率、純度において優れた製法ではあったが、コストと量産性については多くの課題があった。

まず、①SGCNT を生成させる基板がシリコンウェーハであるため、大面積化が出来ないことと、基板コストが高かったこと、②SGCNT 生成におけるキャリアガスがヘリウムガスであるため大きなコストアップ要因であったこと。③触媒形成が助触媒のアルミナスパッタの後に触媒の鉄のスパッタを行うプロセスであるため、生産性低かったこと、④触媒の還元と SGCNT の生成が不連続プロセスであるため量産性が低かったこと等が挙げられる。

上記課題に対して、高価で且つ量産性に必須な大面積化が難しいシリコンウェーハ基板代替の探索により、ニッケル合金上でも SGCNT 合成が可能である事を発見した。また、量産化に向けた大サイズ化の検討では、熱流体シミュレーションを活用する事で、A4、500mm × 200mm サイズの大型基板上でも、従来の 1cm 角サイズと同等品質の SGCNT を大量に合成する事に成功した。

また、触媒技術、キャリアガスの低コスト化、連続合成について、大幅な進展が見られた。触媒については、従来の鉄のスパッタリングに対して、Fe コロイドを用いたウェットプロセスで鉄の超微粒子を形成し、従来の鉄のスパッタリングと同等レベルの SGCNT の合成を確認した。さらにウェットプロセスを発展させ、アルミナ、鉄錯体を用いウェットプロセスで形成した積層基板での SGCNT の合成を確認した。またウェットプロセスの品質均一化のために最適なコーティング法を開発し、ウェットプロセスでも A4 サイズで均一な SGCNT 合成が出来ることを確認した。

キャリアガスについては、従来のヘリウムガスに代わるものとして、窒素ガスを検討した。ヘリウムと窒素の粘性特性の違い等を考慮し、熱流体シミュレーションによってヘリウムガス同等の基板表面の水、エチレン等のガス濃度均一性を可能とするガス供給シャワーシステムを開発し、窒素ガスでも合成が可能である事を確認した。更に、熱流体シミュレーション技術を発展させ、触媒を形成した基板をメッシュベルトに乗せるだけで、エチレンからの SGCNT 合成を連続的に行うことのできる連続炉の設計と製作、SGCNT の合成に成功した。

当該プロジェクトの CNT 量産化技術を平成 21 年度補正予算事業に展開し、500mm 角基板に対応した触媒基板製造装置、連続 CVD 合成装置による大面積 SGCNT フォレストの合成に成功している（量産実証プラント）。今後は、NEDO 継続研究、量産実証プラントでの研究を通じて、連続合成炉、大型連続合成炉への高効率成長実装、量産プロセスの最適化により、

さらなる製造コスト低減を目指す。さらに、製造コスト低減のみならず、量産効果によるコスト低減を図るため、量産実証プラントを通じて企業等にサンプルを提供し、他用途での用途開発を促進させ、キャパシタ用途に合うコスト実現を目指す。

② CNT キャパシタ開発

本プロジェクト全体の最終目標である SGCNT を利用したキャパシタ実用化に向け、CNT キャパシタ開発では、SGCNT の特長を最大限活かしながら、性能、コスト、実用化・事業化の観点も踏まえた新型キャパシタの基盤技術開発を目的としてきた。

プロジェクトスタート時より、SGCNT を用いた真性電気二重層キャパシタ（SGCNT 電気二重層キャパシタ）と、コンポジット電極を用いたハイブリッドキャパシタの 2 つのタイプのキャパシタ開発を推進し、前述したように、それぞれ数多くの革新的技術開発に成功してきた。しかしながら、当初予定していた CNT 内壁利用による電極容量増加（理論的に 2 倍）の検討では、SGCNT 電荷量不足という問題から、現時点で、エネルギー密度 20Wh/kg の目標値の達成は困難と判明した。

その一方で、コンポジット電極開発では、日本ケミコンと東京農工大学の共同開発による革新的なコンポジット電極材料作製技術（ナノハイブリッド技術）を SGCNT 電極作製技術と融合して構築した SGCNT ナノハイブリッドキャパシタが、SGCNT 電気二重層キャパシタを上回る性能であることを見出した。このキャパシタは SGCNT 使用量も低減できるため、コストメリットも期待できる。

以上より、総合的な市場要求の観点から、今後は SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ開発に集中することとした。今後、SGCNT の量産化までに SGCNT ナノハイブリッドキャパシタ量産化を検討し、キャパシタ材料に見合う低コスト SGCNT の販売時点を目安に SGCNT ナノハイブリッドキャパシタの事業化を目指す。具体的には、まずサンプル提供を開始し、実際の市場動向・ニーズ確認や、顧客獲得を図る。顧客要求数量の増加に伴い、量産設備導入後、量産を開始する。

ナノハイブリッドキャパシタの実用化が期待される用途としては、既に大容量キャパシタを搭載しているディーゼルハイブリッド建設機械や港湾クレーンなどの回生用途や大型瞬停対策装置、複写機の省エネ化等への展開が期待できる。さらに今後の展開として、車載用途におけるキャパシタ搭載効果による更なる燃費と電費改善も期待できる。特に SGCNT ナノハイブリッドキャパシタは、いずれの用途に対しても導入効果が高いことから、今後広く普及し、低炭素社会に大きく貢献していくと考えられる。