

養成技術者の研究・研修成果等

1. 養成技術者氏名： 宮本淳一 印/署名

2. 養成カリキュラム名： 高圧分子プローブナノ表面構造解析技術に関する研究

3. 養成カリキュラムの達成状況

平成15年度は主に平成14年に行った新規高圧吸着測定装置の設計に基づき、実際に装置製作を開始した。製作に関しては高圧装置の製作に詳しい装置メーカーと共同で行った。まず、上半期中に本装置の重要部である重量検知部の製作を完成させた。その後、圧力検出部や真空排気部などの配管部について部品発注・製作を行い平成15年末に装置のほぼ90%を完成させた。製作と同時に既成の高圧吸着装置を用いて高圧吸着実験を行い、本装置を市販化する際に考えられる測定上の問題点を検討し、さらに測定自動化に必要なソフトウェア作製のため吸着実験のルーチンをまとめている段階である。当初の予定から若干の遅れが生じている。その理由として本装置の最重要部である重量検知部を含む吸着セルの製作において吸着セル内部の構成とその安定化対策をとるための架台の構造が予測していたより取扱いに工夫する必要があったことが大きく影響してしまった。また、重量検知用のSUSスプリングについて、既製のSUSスプリングでは重量変位量が大きすぎ使用できないことがわかり、新規にスプリングを製作する必要があったことがあげられる。しかし、これらの問題点をフィードバックすることでより扱いやすい装置を製作することにつながる。

現在、吸着セル内の変位検出用差動トランス部でバネやサンプルを吊るすためのワイヤーについてさまざまな材質・太さで試し、セル内でワイヤーが触れることにより変位検出に誤差が出ないように改良することを検討している。

今後は高圧吸着測定を開始する。まず、既知の材料に対しての高圧吸着測定を行い、既存のデータと比較し本装置の精度を確かめる。つぎに新規炭素系ナノ細孔性材料を同時に進行し、化石燃料の代替としての水素あるいはメタン等の貯蔵材料の探索を検討する。さらに本装置の市販化のため自動化プログラムについての議論を進めていく予定である。

4. 成果

近年、化石燃料の代替エネルギー源として水素が注目されている。その水素をエネルギー源とする燃料電池の研究・開発が世界的に進められ、燃料電池自動車や電力装置として実用化も進んでいる。水素をエネルギー源として用いることで、今後は小型電力機器用の分散エネルギー源としての発展が期待される。水素エネルギーは、コジェネレーションによる排熱などの利用もできることから化石燃料を主に用いている現在に比べ、エネルギー効率が格段によくなると考えられる。しかし、小型燃料電池のエネルギー源としては水素そのものを貯蔵・運搬することが現状では困難である。したがって、水素の貯蔵・運搬方法の効果的方法の確立が今後の燃料電池の技術的改善点として大きな課題となっている。

現在、水素あるいは水素製造用としてのメタンガスの貯蔵・運搬法としては、特殊材料を用いた高圧ボンベへの貯蔵、極低温による液化貯蔵などが考えられており、実用段階に入っている。

しかし圧縮・液化の方法はコスト的、技術的に多くの問題点を抱えている。そこで吸着材料による

貯蔵技術に注目が集まっている。特に近年ではさまざまな多孔質細孔体が開発されており、その貯蔵剤としての応用に関心が集まっている。水素の貯蔵に関しては既に多くの研究実績がある水素吸蔵合金が一般的に知られているが、水素の吸蔵・放出による材料劣化が生じることや貴金属あるいは希土類金属を使用する点でコスト的にも問題があるなど貯蔵剤として実用化に至っていない。それに対し炭素系材料の場合、軽量かつ原材料が豊富であるため水素吸蔵合金の問題点をクリアできると考えられており、世界的に研究が盛んに行われている。しかし、水素はその物理的性質上、常温常圧では吸着量は少なく高圧下での吸着が必要となる。常温常圧での気体及び蒸気吸着と比較すると高圧での吸着量測定は特殊であり、そのため測定方法が一般化されていない。このため水素吸蔵技術に限らずメタン、天然ガスなど燃料電池技術にかかわるエネルギー源材料の貯蔵材料開発に対して高圧吸着測定が律速となっている。

上記のことを考慮し、本プロジェクトは高圧吸着測定技術を一般化するための技術の習得及び普及化を目指すものである。

平成14年度に高圧吸着測定用装置の設計書（資料1，図1）が完成し、平成15年度から設計書に従い製作に着手した。この新規高圧吸着量測定装置の注目すべき点は重量検出部として従来の高圧吸着測定装置で使用している高価な装置を使用せず、安価で信頼性の高い差動トランス（資料1，図3および4）と入手のしやすいステンレス製スプリングを使用することである。これらの成熟した技術を用いることでコストを下げ、さらにメンテナンス性を高めることができる。

平成15年度上半期は本装置の最重要点である高圧吸着セルについて製作を始めた。このとき考慮したのは以下の2点である。炭素系材料の場合、固体密度が小さいため測定に使用できる試料重量が少なくなる。水素分子の質量は分子中で最も軽いいため吸着による重量変化量が少なくなる。上記2点を考慮し、現在入手可能でありかつ研究例の多い炭素系材料（たとえば活性炭）とそのメタンガスなどの吸着量を参考に必要となるスプリングのパネ定数を算出し特注のスプリングを発注した。さらに差動トランスは基本的に市販のものを採用する予定であったが差動トランスの検出部となる鉄心のみ重量を考慮し特注のものを採択した。

高圧吸着セルの製作は7月中に終了し、耐圧及び気密テストを行った。その結果、耐圧性・気密性共に設計を十分満足するものが完成した（資料1，図2）。

平成15年度下半期は、上半期に発注したステンレススプリングのパネ定数を実際に測定した。差動トランスの変位分解能と測定に使用する試料重量を考慮し、発注したスプリングのうち本装置に使用しうる高分解能で測定可能なスプリングを選定した。

次にガス配管部、圧力検出部および排気系の製作を進行させ、追加の設計として吸着剤の大まかな吸着能を測定可能にするため、圧力値のみから吸着量を算出できる容量法の配管を追加製作した。これらの製作終了後、配管部の耐圧・気密試験を圧力計を用いて行った。テスト方法はガスボンベ圧（約150気圧）まで昇圧し、一定時間静止後の圧力変化を測定する方法で行った。その結果、配管部の耐圧性は十分であり、気密テストにおいても測定上問題無い気密性が確認された。さらに吸着測定では大気圧以下での測定も必要となるので配管部の真空度試験を行った。その結果では現在使用中の真空ポンプの最大到達真空度に達することを確認した。以上の施工により装置のほぼ全体の製作が終了した。現在、装置の全体的な調整を行っており、その後、水素吸蔵合金など既知の物質を用いて測定を行い本装置の精度を確認し、さらに得られたデータを基に信頼性を高めるために改良を施していく予定である。

上記のように開発している装置は水素吸着測定として使用できるめどが立ってきており、今後は企業と共同で市販化への開拓を進める計画である。そのために測定の自動化を検討しており、それが達成されることで、高圧水素吸着測定が標準化でき水素吸着用新材料の開発が活性化されると見込まれ、産業界にも大いに活用できると考えている。

また、一方で水素やメタンの貯蔵に最適な炭素系ナノ細孔性材料の創製に取り組んだ。その1つとして活性炭素繊維に注目した。活性炭素繊維はミクロ孔を有する高比表面積ナノカーボンのひとつであり、すでにさまざまな用途に用いられている。しかし、これまでの研究によれば活性炭素繊維

維上への水素貯蔵量は現段階では不十分である。そこでこの活性炭素繊維を改質することを試みた。その結果としてメソ孔を有する高比表面積メソ孔性活性炭素繊維を創製することができた。また再賦活による改質を試み、条件を適切に選択することにより比表面積を増加させる方法を見出した。これらの試料についての水素吸着量やメタン吸着量を検証する予定である。さらに、近年注目を集めているカーボンナノチューブ類についても実験を行う予定である。

5. 成果の対外的発表等

(1) 論文発表 (論文掲載済、または査読済を対象。)

J.Miyamoto, H.Kanoh, and K.Kaneko, "Activated Carbon Fibers of Different Cross-sectional Morphologies" *Adsorption Science and Technology*, in press

(2) 口頭発表 (発表済を対象。)

第 56 回コロイド及び界面化学討論会

「メソ孔付与型活性炭素繊維」

第 17 回日本吸着学会研究発表会

「モルフォロジーの異なる活性炭素繊維の細孔構造」

第 30 回炭素材料学会年会

「ミクロ・メソ 2 分布型活性炭素繊維の細孔構造と吸着特性」

(3) 特許等

2 件