安全保障技術研究推進制度 令和5年度終了課題 終了評価結果

1. 評価対象研究課題

(1) 研究課題名:高強度 CNT を母材とした耐衝撃緩和機構の解明と超耐衝撃材の 創出

(2) 研究代表者:国立大学法人筑波大学 藤田 淳一

(3) 研究期間:令和元年度~令和5年度

2. 終了評価の実施概要

実施日:令和6年11月11日

場 所:TKP秋葉原カンファレンスセンター

評価委員:未来工学研究所 理事長、上席研究員/東京大学 名誉教授

平澤 泠(委員長)

情報通信研究機構 主席研究員

門脇 直人

東京科学大学 科学技術創成研究院 未来産業技術研究所 教授 佐藤 千明

宇宙航空研究開発機構 航空技術部門

航空利用拡大イノベーションハブ 特任担当役

嶋 英志

大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻 教授 中野 貴由

豊橋技術科学大学シニア研究員、名誉教授、

長岡技術科学大学 学長アドバイザー、客員教授

中野 裕美

公共投資ジャーナル社 論説主幹

吉葉 正行

(委員長以外は五十音順・敬称略)

3. 研究と成果の概要

研究の概要

本研究では、ダイラタント現象を支配するナノレベルでの分子間相互作用について、分子動力学に基づく計算機シミュレーションと超高速破断現象の可視化技術とを組み合わせながら現象の学術的解明を目指した。また異方的な分子間力を考慮したダイラタント現象解析のための計算機シミュレーションを実施した。

同時にナノ領域での衝撃力に対する CNT (カーボンナノチューブ) やグラフェン面の機械的応答特性について、実際に原子レベルでの粘弾性応答現象と撃力に対する

高輝度放射光散乱実験や電子顕微鏡内高速破断現象の可視化技術を用いながら実験 的現象解析を進めた。

これらの理論と実験とを相互に補完し合いながら超高耐衝撃・衝撃緩和特性に関するナノレオロジー学理構築に向かって研究を推進した。さらに本研究では、CNT 合成プロセスに於いて、原料ガス流制御が CNT 繊維の高強度化と高伸長性に強く関与している事を見いだし、高品位高配向 CNT 繊維の連続大量合成法を開発した。これらの高強度 CNT 繊維材料とダイラタント現象を組み合わせて、超高耐衝撃材特性を示すことができた。

成果の概要

本研究では「高強度 CNT を母材とした耐衝撃緩和機構の解明と超耐衝撃材の創出」の課題研究のもとで、ダイラタント現象を用いた超高耐衝撃材料の開発に成功した。この新素材は、シリカナノ粒子とポリエチレングリコールによるシアシックニングが極めて高速に、マイクロ秒からナノ秒レベルでの超高速の相変化を起こして瞬時に固化することを実験的に証明し、良好なエネルギー吸収特性を示す事ができた。このシアシックニング材料をカーボンナノチューブ(CNT)繊維クロスで保持することで、1500m/s で高速飛翔する飛翔体や宇宙塵を捕獲して、貫通阻止が可能であることを実験的に証明するとともに、ケブラー繊維に対して CNT クロス・シアシックニング複合材の優位性を実証し、当初目標を凌駕する耐衝撃吸収特性を証明することができた。

これらの研究において、CNT 繊維クロスが耐衝撃吸収特性に非常に有効であることは確認されたものの、高強度 CNT 繊維の安定した大量合成技術を開発する必要があった。CNT 繊維の紡糸にはクロロスルフォン酸 (CSA) の超強酸を用いた CNT の分散と、粘弾剪断流中での自己配向を用いた液中紡糸を行った。その結果、数%の CNT を分散した CSA 溶媒からの自己配向紡糸によって 1000m/day の高品位 CNT 繊維を得ることに成功した。

4. 終了評価の評点

S 想定の域をはるかに超える成果をあげた。

5. 総合コメント

本研究は、フェムト秒レベルのダイラタンシー現象の存在を確信をもった仮説とし、新たな測定法を考案・開発するとともに、独自の模擬手法を開発し、検証したものである。当初の問題点を克服して格段に優れた研究成果と副次的成果を上げており、今後多方面における応用展開が期待できる。

緻密にダイラタンシー現象の理解を進めた結果、現象理解にとどまらず副次的産物でも有効な技術を開発できたことは高く評価できる。

CNT とダイラタンシーの研究が個別のものである感は拭えないが、十分な成果が得られており、全体として有効な研究開発になっている。

ダイラタント現象を支配するナノレベルでの分子間相互作用については、分子動力学に基づく計算機シミュレーションと超高速破断現象の可視化技術とを組み合わせながら現象の学術的解明に成功するとともに、窒素ドープ CNT の細線の量産化にも成功している。応用範囲も多く、今後の発展がさらに期待される。

当初目的を達成すると共に、複数の有意義な副次的成果も産出し、極めて良好な成果を出している。

耐衝撃性が関係する様々な分野で活用されることが期待できるだけでなく、複数の要素的知見に関する幅広い応用可能性を持つと思われるので、研究成果を多面的に活用し、早急に多様な協力企業を見出す等、実用化に向けた研究・イノベーション段階への飛躍的発展を強く期待する。

6. 評価の観点ごとの評価結果と個々の委員によるコメント

6-1. 研究開始時に設定した研究目標の達成度(主題的成果)

当初の研究は次に示すように3つ大項目で実施し、各項目での目標をほぼ100%達成した。

(1)ナノレオロジー学理構築

この研究項目においては、ナノ耐衝撃緩和機構の定量的な解明、局所構造破壊機構の解明と物理的物性値の提示、ナノトライボロジーのデータベース提示、ナノダイラタント現象の数値モデル提示(シミュレーショによる再現)を行った。

(2) CNT 複合体における耐衝撃性能、衝撃吸収特性

この研究項目は、最終的には相模原 JAXA の実験施設を用いて実測実験を行い、衝撃吸収試験で 150 kJ/m²を実証し、1500m/s の飛翔体貫通抑制を実証した。また、突き刺し試験や衝撃吸収試験の結果、CNT クロス材の複合化が衝撃吸収能力向上に有効であることを実証し、CNT 複合クロス衝撃吸収特性 100.J を実現した。

(3) 高品位 CNT の大量合成、繊維化技術の開発

この研究項目では、高品位 CNT の大量合成技術開発を実施し、高速層流成長方法で、CNT 繊維 1000 m/day の生成を実現した。また、繊維の破断強度 10 GPa を実現し。 1 日当たり 、線径 $100 \, \mu \, \text{m}$ の CNT 繊維 $1000 \, \text{m}$ 合成を実現した。

【個々の委員によるコメント】(主題的成果)

- ・期待をはるかに超える成果を出された。
- ・当初の目的を十分に達成している。

- ・予想を超えた基礎基盤の構築に成功している。
- ・主題的成果はほぼ達成している
- ・当初の研究目標は十分達成された。

6-2. 計画時に想定していなかった成果(副次的成果)

(1) 窒素ドープ型 CNT の合成と特性

まず、本研究成果の発見経緯を述べる。高強度 CNT 繊維を得るには、CNT 分子同士を正確に並べる必要がある。CNT 繊維の合成では、チューブ内流体液中での剪断応力を利用して CNT 分子を自己配向させる方法が一般的である。ここで、充分な太さの CNT 繊維を合成しようとするなら、溶液中に分散する CNT の濃度を十分に高くする必要がある。つまり、溶媒中への CNT 分散性を向上させる必要があり、CNT 分子表面の化学修飾方法を研究していた。

その研究の中で、窒素ドープ CNT が本研究独自の高速層流内での CVD 合成で非常に効率よく合成されること、さらに、窒素ドープ CNT が CSA 分散液に対して高い分散濃度を示す事が判明し、高強度 CNT 繊維を得るための有効な技術となることがわかった。

さらに、窒素ドープ CNT は、CNT 表面での化学吸着・結合状態が活性となり、様々な化学ドーパントの吸着サイトとしても振る舞うことが判明した。この技術を用いて化学ドーピングした窒素ドープ CNT は 10GPa の高い破断強度を示すとともに、その電気伝導度が非常に高く (6x10⁶S/m) 次世代電線への応用が期待される。

【個々の委員によるコメント】(副次的成果)

- ・いくつかの副次的成果を出されている。それぞれが独立した成果として評価したとしても、想定をはるかに超える成果である。
- ・ 高品位窒素ドープ CNT は新たな導電材料として実用的意義が大きい。
- ・窒素ドープによる CNT の高伝導性の発現は航空機電動化などに大きなインパクトを持つ。
- ・窒素ドープの CNT の細線化に成功している。
- ・窒素ドープの CNT により分散性が上がった。
- ピコ秒での電子顕微鏡技術が確立できた。
- ・副次的効果も多数得られており、波及効果も期待できる。

6-3. 他の者により派生した成果(間接的成果)

研究開始当初において、シアシックニング現象発現の時間スケールはミリ〜マイクロ秒と予想していた。しかし、研究を進める間に、シアシックニング現象発現に対して第一原理計算や分子動力学を用いた原子レベルからの計算シミュレーションの結果、極端ではあるが分子結合角の変形を伴うようなせん断応力が与えられると、

フェムト秒レベルの時間オーダーで系の急激な粘度変化が起こることが予測された。 理論的には、より高速な時間変化に対応したダイラタント現象も起こる事が予測されたために、令和4年度から(研究開始後2年目から)、ピコ秒レベルでの超高速可視化を実現する事を目標とした新たな目標設定を行い、フェムト秒レーザーと電子顕微鏡とを組み合わせた超高速可視化技術の開発にも取り組んだ。

このフェムト秒レーザーを用いた超高速現象可視化技術は、本研究とは別の枠組みで推進している次世代超高速通信基盤技術 (B5G)の中で、最近非常に注目され、超高速デバイス動作の可視化技術として発展しつつある。

【個々の委員によるコメント】(間接的成果)

- ・多くの支援者がその都度存在していた。
- ・ピコ秒レベルの走査電子顕微鏡は、電子デバイス開発に有用であり、早期の製品化が望まれる。
- ・宇宙エレベーターへの適用に関する検討などが実施されている。
- ・教育的効果や昇進を多く含む。
- 人材育成にも貢献しており、産官学研究機関へ人材を輩出している
- ・派生的な成果も得られており、観察装置などの開発にもつながる有益な知見も 得られている。

6-4. 科学技術上特筆すべき成果

本研究では、プレスリリースを2件実施した。

- ・2024.05.10 「高速デバイス材料の瞬間的な状態を可視化する走査電子顕微鏡技術を開発」
- 2024. 10. 28 「分子間の滑りによるカーボンナノチューブ繊維の破断現象の 直接観察に成功」

また、研究全期間を通して、関連した研究者学生の人材育成につとめた。その結果、産官学究機関への人材を輩出した。

・大学助教	1名
・大学教授(進行中)	1名
・Spring8 研究員	1名
・企業研究員	2名
· 大学院生 修士	6名
博士	2名

【個々の委員によるコメント】(科学技術上特筆すべき成果)

- ・フェムト秒レベルの電子顕微鏡の開発等
- ・高強度 CNT 繊維の合成とエネルギー吸収実験により、実用性を示したことに加え、上記の副次的成果も大きな成果である。
- ・超高速の X 線回折などが、本テーマで有効に使われており、ダイラタンシーの 基礎研究に資するところが大きい。
- ・ダイラタンシー現象の本質を計算機と実験で証明している。
- ・ナノレベルでの解析も含め、耐衝撃性の研究成果が出ている。
- ・応用分野への貢献が多大に期待できる基盤的研究成果である。

6-5. 論文(投稿中のものも含む)、学会発表等

査読付き国際学術誌論文 13 件、学会発表 69 件(国際会議 19 件、招待講演 2 件)

6-6. 特許(出願中のものも含む)

15件、内登録済み6件

【個々の委員によるコメント】(論文、特許、学会発表等の研究成果)

- Scientific Reports など多くのジャーナルへ公表している。
- ・既に論文発表がされているが、今後もさらに成果発信が期待できる。
- ・既に特許出願がされている。副次的なものについても期待できる。
- ・査読付き国際学術誌論文13件、学会発表69件は、評価に値する。

6-7. 科学技術への波及効果

(1)ナノレオロジーの学理構築

・計算機シミュレーションと実験を通して、ダイラタント現象発現に関するナノレ オロジーの学理的理解を高め、学理構築に貢献した。

(2) 耐衝撃エネルギー吸収材料の応用

- ・本研究の本来の技術応用として、航空機や宇宙での機体や人体の保護材としてダイラタント複合材が有用であることを証明した。もちろん、本国自衛隊活動や装備においても有効であると思える。
- ・高いエネルギー吸収緩衝特性を有するダイラタント複合材は、歩行補助、介護補助、ロボットなどの医療応用などにおいても有望である。

(3)技術波及効果

・本研究で開発した超高速計測技術は次世代超高速デバイス動作解析の重要基盤技

術として貢献しつつある。

(4) 想定外の発見

・本研究での副産物として見出した窒素ドープ CNT の高強度高導電性が次世代電線 の可能性があり、今後 NEDO のプロジェクト等の協力を得て実用化に向けて研究 を推進していく。

【個々の委員によるコメント】(発展性と波及効果)

- ・今後多様な範囲の大きなインパクトが期待できる。
- ・量産化などには課題があると思われるが、宇宙応用などに活用できる可能性が 高く、期待できる。
- ・CNT の製造技術、ダイラタンシーの基礎研究の双方とも個別の波及効果が大きいと考えられる。
- ・応用分野への貢献が多大に期待できる基盤的研究成果である。

6-8. 効率的な研究実施体制とマネジメント

参画3機関の連絡会を月曜 meeting と称して毎週月曜日に開催し、研究の進捗状況を報告するとともに、研究の進展に伴って発生した新しい課題や解決策について討議した。

これらの報告内容データは、Teams 内の共有フォルダに保存され、プロジェクト参画者で情報共有をおこなった。さらに議事録を作成して、重要な学術情報や主要な測定結果を共有して研究の推進を図った。また、3機関で分担して担当する研究項目のうち、相互に関係の深い研究課題については、担当者間で随時個別の打合せを行った。

全期間を通して

プロジェクト月曜ミーティング Teams による WEB 会議 153 回 推進会議 14 回

また、本研究のプロジェクト推進においては、関連学術分野から4名の推進委員に依頼して、年4回の推進委員会を開催した。さらに、研究の成果の学術誌への投稿、国内国際会議での口頭発表を積極的に奨励し、学術データの発振に努めると同時に、nano tech 展で試作デバイスの展示を含む、ポスター展示を行なって研究成果の普及に努めた。また、本プロジェクトにおけるCNT合成技術が評価されNT2024国際会議での招待講演を行う予定。事務手続きなどの業務管理については、各研究機関それぞれに研究員とは異なる担当者を設け、3者間の情報連携・調整を行うことで適切な実施を図った。また、研究代表機関では、本事業を実施する実験室及び実

験データの解析等を行う執務室の扉に静脈認証による入退室管理システムを整備し、 関係者以外の入室を制限することにより、情報管理を徹底した。

【個々の委員によるコメント】(効率的な研究実施体制とマネジメント)

- ・紆余曲折があったが、結果を出された。
- ・多くのアドバイザリにより、応用展開について広範な意見を得ている点が評価できる。
- 機関同士が連携するとともに、1週間に一度の意見交換をされている。
- 各部門で連携しながら進められている。
- ・中間評価において指摘した改善点を踏まえ、組織的かつ効率的な研究体制で 十分な成果を上げている。

6-9. 研究推進時に生じた問題への対応

特に無し。

【個々の委員によるコメント】(研究推進時に生じた問題への対応)

- ・多くの問題に直面されたが、その都度克服された。
- ・中間評価時には問題があったが、適切に対処し、素晴らしい結果を得ている。

6-10. 経費の効率的な執行

経費の執行に当たっては、必要性を十分に検討し、本研究を実施するために過不足のないよう努め、代表研究機関及び分担研究の2機関それぞれの社内規則に沿って実施した。物品の調達において、高額の取引の際には相見積を取得し、価格を比較して入手するよう努めた。特に、代表研究機関では、特命理由のある場合を除き、全ての物品について、販売業者2社以上より相見積を取得し、価格の比較を行い、最も安価な金額を提示した業者から購入して、経費を極力効率的に執行するよう努めた。

【個々の委員によるコメント】(経費の効率的な執行)

- ・経費の効率的な執行に努力された
- 適正である。
- ・限られた予算のため、TEM-EDS や高機能カメラを分けて入れている。効率的ではないが、理解はできる。