



特 集

## 市工研の企業支援 ～多様なプログラムで研究開発～

(地独)大阪市立工業研究所 理事(研究担当)

中 許 昌 美

本日は大阪市立工業研究所(市工研)の研究開発状況を紹介する機会を提供していただき、ありがとうございます。私の講演テーマは「市工研の企業支援～多様なプログラムで研究開発」ということですが、企画開発から製品化までの支援に取り組んできた私の関係部分を、主に話したいと思います。

市工研は大阪市域の工業振興、産業振興への技術的サポートを行うことを目的に大阪市が設立した試験研究機関で、設立は大正5年、約100年の歴史をえています。スタート時点から企業の研究員を積極的に受け入れ、共同で研究開発支援を進めてきました。現在80名程度の研究員が在籍しています。それぞれの研究員が技術支援となる研究開発を行い、それを元に技術相談を入り口として、受託研究、試験分析、設備使用、技術普及を通じ、企業のものづくりの技術向上をお手伝いしているという研究機関です。

市工研の研究部門は、有機材料研究部、生物・生活材料研究部、電子材料研究部、加工技術研究部、環境技術研究部の5つで構成。化学分野のほとんどを網羅している研究所といえます。

### 市工研活用の仕方

とにかくどんなことでもご相談ください。技術相談は無料で行います。私共が相談を受けることで、企業側がどんな問題を抱えているのか、どんなニーズを持っているのかを私共も知ることができ、それが研究支援の方向性を考えることにもつながります。技術相談を受けた中では、最適な研究分析方法などのアドバイスもさせていただきます。試験分析以降につきましては有料ですが、比較的安価でお手伝いをさせていただきます。

受託研究は、市工研がお手伝いをしながら、企業の皆さんが研究開発を進めていただくこととなります。私共が100%完全な請負でさせていただくこともありますし、企業から研究員を派遣していただき、一緒に研究開発を行うこともあります。それは設立

当初からアメリカのカーネギー・メロン研究所を模して取り入れた手法で、私共の研究所の骨格を成す業務となっています。

人材育成では技術研修制度を用意していますので、例えば企業の新人研修、人材教育もお任せください。施設の利用では、比較的簡単な研究機器・装置を使用していただけです。大型機器などの相談にも応じます。そのほか研究所内に開放研究室や創業支援ラボの用意をしており、2年、3年単位での部屋貸しをしています。市工研は大阪市中心部の森之宮に所在し、技術相談については技術相談専用電話(06-6963-8181)に連絡していただければ、適切に対応させていただきます。技術相談で何を相談したらよいのかが分からないこともあると思いますが、パンフレットには困ったことの事例も掲載しています。

市工研ではいろんなことをやっています。試験分析では、企業の目から見れば品質管理の拠点として活用していただいています。セミナーなども行っていますので、情報収集の拠点としての活用もできます。また私共の研究シーズを元に研究開発をしていくことから、ものづくり支援の拠点であり、企業から見れば研究開発室が市工研ということになります。



講師 中許 昌美氏

### ナノマテリアル研究室

私共の研究所でナノテクノロジーに関して進めてきた研究開発の概要について、事例を含めて紹介したいと思います。ナノテクの中心となった研究室は、有機材料研究部に所属するナノマテリアル研究室です。ナノ粒子は粒径1～100nm(ナノメートル)です。1nmは1mmの100万分の1、地球の直径を1mに例えるとピンポン球が1nmのサイズとなります。そんなに小さな金属粒子は裸ではおれないので、実際には表面に有機物をまぶして、衝突しても有機物の反発で一緒になって大きくならないようにします。つまり、金属と有機物が結合した新たなハイブリット材料ととらえることができます。研究室のメインテーマは「有機・金属ナノハイブリット材料の開発と応用」としています。

資料に示したこのサンプルは金ナノ粒子の溶液です。例えばステンドグラスの赤色は金ナノ粒子によるもので、赤い色に変色しない、非常に優れたプラズモン吸収という光学特性を持っています。銀ナノ粒子をインクにしたものでは、これを印刷、熱処理することで金属の銀になるという、いわば錬金術のようなことを行い、導電回路をつくります。また、ITOというインジウムに錫を少し混ぜた酸化物の粒子をインクにした、ITOナノ粒子ペーストですが、これで作製したパターン部分は透明であって、電気も通します。ITOの膜は家庭用のプラズマディスプレイ、液晶ディスプレイのバックパネルの電極として使われています。右側の写真は、ニッケルナノ粒子で、磁性を持っているので、底に沈んだ粉を磁石で引き上げることができます。この研究室では最初からナノを取り扱ったわけではありません。装饰材料からいろんな段階を踏み、エレクトロニクスへの展開を考える中で、ナノ粒子に行き着いてきたということです。

### 受託研究による技術支援事例1

どんな技術支援をしてきたのかについて、事例を紹介したいと思います。金属製品加工業T社の事例では、水道用本管締結用ボルトナットの焼き付き防止コーティングをしたいという申し出でした。高圧がかかる本管をジョイントするためには、非常にハイトルクに締めていくわけです。ところがステンレスは放熱性が悪いので、時としてボルトナットが

前にも後にも進まなくなる。オイルを塗って防止していたが、環境的にも悪いので、ドライコートをしたい。ただし、めっきは先行他社があるため、めっき品質でなく塗料にも勝るものを開発したいという相談でした。一方でその頃、私共は金属と有機物の化合物である金属錯体をインクにし、エレクトロニクスに使用したい。通常、錯体の熱分解温度は250～350程度だから、うまく低温熱分解する錯体をつくればプラスチックに電子回路を作製するためのインクを開発できるだろうと考え、研究を進めていました。そこで、その考え方を金属材料に使用できないだろうかと提案しました。

つまり金属錯体を材料としてコーティングする。できればナノの材料であれば低温焼結性ということができるので、新しいナノコーティング材料を開発してはどうかと提案しました。課題(条件)として、放熱特性から銀コーティングを、機械強度を劣化させない、かつ低コストという希望がありました。結果としてそれを解決でき、銀ナノ粒子を製造する新技術を開発し、それをインクにして銀のコーティング技術の開発に成功しました。すでに製品化され、現在では全国の水道局で採用され、実績に結びついています。

そのときにどんなことをしたのかについて触れます。銀の錯体のオーソドックスなものは金属石鹸だということで、最初は脂肪酸銀をインクにしようと思ったのですが、分散性がよくない。とにかく分散性がよくないままに炉に入れて焼いていくと、途中で茶色に変わり、何か微粒子ができていくらしいということに行き着きました。結果、次のようなプロセスを開発しました。脂肪酸銀を単に熱分解するだけで銀ナノ粒子をつくる。しかも出発体にある長鎖の脂肪酸が銀ナノ粒子の保護体としてきてくる。このように1粒あたり5nmという黒い粒が簡単にできてしまう。プロセスを図示すると、ガラス製フラスコに脂肪酸銀を入れて、料理のようにぐつぐつ煮るだけで、簡単に粒子ができてしまいます。

ナノ粒子の低温焼結性について触れますと、資料の右側グラフの点線は金の融点です。金の塊サイズが20nmより小さくなると、融点が低下してきます。それは表面活性が高くなり融着を起こしやすくなるという、独特のナノサイズ効果といわれる現象です。ということは、有機物で被覆しているナノ粒子であ

っても、有機保護層をできるだけ低温で除去すれば金属の新生面ができ、そのナノサイズ効果による低温焼結性が生じてバルク金属化するという事です。バルク金属化すれば導電性がでてくるので、配線形成の電子回路をつくる事が可能となります。また、高融点の金属に戻るわけですから、例えばはんだ代替品の接合材としても使えます。つまり、ナノ粒子をペースト状インクにして、印刷手法で印刷し熱処理するだけで、インク中の有機成分や粒子周りの有機成分が全てとんで、金属だけになってパターンどおりの電子回路になる。そのようなエレクトロニクス材料ということです。また、陶磁器用の装飾材料にも使えます。

#### 受託研究による技術支援事例2

このように技術支援をしていくと、私の所でも銀ナノ粒子をつくりたいという話も出てきます。そんな時には企業に支障のないような、例えば特許であれば前の特許も通り、今度出そうとするものも通るような技術開発をするという発想で進めたのが、今から説明する2つ目の提案事例です。もともと脂肪酸銀を熱分解し、銀ナノ粒子をつくるという基本技術を持っていたため、新たにアミン還元法という手法をとりました。これは脂肪酸銀と脂肪族アミンを一緒にしてぐつぐつ煮る手法です。アミンはナノ粒子の周囲を取り巻く有機保護層としても使えるし、それ自体が還元性もあるため反応がマイルドにできることと、もともとの出発体にある脂肪酸銀のカーボキシレートとアミンの保護材を、両方とも粒子周りに導入できます。例えば脂肪酸銀ではC8やC11、C13などいろんなものが選べるし、アミンのほうも1級アミンから3級アミンまでであるため、いろんなバリエーションの粒子ができる。けれども方法はいろんなものを入れてぐつぐつ煮るだけという、シンプルなプロセスです。

そのような手法で実際にインクにした事例を紹介します。これは銀ナノ粒子C13とC8のものを一緒にした粒子でインプットしました。これのよいところは、ペーストにするときによく使う溶剤に入れるだけで、程よい粘度のインクになります。資料に示した2つの写真は実際にラボでつくったインクで、ガラスエポキシ樹脂とスライドガラスにそれぞれ印刷しています。印刷後に電気炉に入れて30分、所

定の温度で焼くと厚さ2ミクロン程度の導電膜ができます。比抵抗を測定すると $3.6 \mu \text{ cm}$ でした。金属の銀は1.6ですので、実用上なんら遜色のない、比抵抗の導電膜がいと簡単にできるということです。

#### 市工研がコーディネートした共同開発事例3

これまで紹介した事例は研究所と企業との1対1の話ですが、この資料に示したケースは私共でコーディネートしようと取り組んだ事例です。結果から申し上げますと、ある企業と酸化物のナノ粒子をつくるということを開発し、すでに特許化。それを知ったインクメーカー、ペーストメーカーが、酸化物のナノ粒子を使ってインクにして、それを塗布、焼成して、ITOの導電膜を簡単にすることができるインク技術を開発したいという申し出がありました。私共が中に入りコーディネートさせていただくということで、3者共同でITOのナノ粒子インク、ペーストをつくるという開発に成功しました。それも脂肪酸インジウムと脂肪酸錫を適度な比率で混ぜて、ITOという複合ナノ粒子が簡単にできているということです。そのインクをペーストにしてパターンを印刷し、後は炉に入れるだけ。インクさえあれば、印刷と焼成で簡単に導電膜ができるということ、市工研が中につくことで、メーカーと一緒にやって3者共同でやったという事例です。

#### 共同研究事業

3者共同という形でやらせてもらったといっても、技術の広がりには限界があります。より多数の企業と連携するような要件を整理するとか、研究のステージづくりに取り組んでいく必要があるかと思っていました。幸いなことに平成19年から21年までの3年間、大阪市のサポートのもとで市工研が中心となり、しかも有機材料、電子材料、加工技術という3つの研究部融合によるプロジェクト研究班を設置し、文部科学省の「都市エリア産学官連携促進事業」に取り組みました。ナノ粒子をインクにして回路をつくる、はんだの替わりになるような導電接着用材料を開発する。そのようなものをイメージした時に、我々は低温焼成というプロセスを考えていたので、プラスチックのシートにそれらを全部組み込んで、できればシートデバイスをつくりたい。その



中には電源が要ります。それはリチウムイオン電池で薄膜化してもらいましょうということで、それは大阪府立大学を中心に研究を進めていただきました。

これは微粒子をつくるというアプローチで、先ほど紹介したナノマテリアルの研究室の手法と電子材料研究部で瞬時にして銀ナノ粒子をつくるという手法、そして市立大学の手法、そうしたもので粒子の設計をしました。銀ナノ粒子については、インクにしてスクリーン印刷でどれだけ微細なファイルができるのかに取り組み、ナノのインクを開発したことによって線幅 10  $\mu\text{m}$  を達成、しかも基板がガラスでもセラミックでもなく、ネオプリムという透明フィルムですからインクなどを印刷したら、流れたり広がったりすることがあるため、10  $\mu\text{m}$  を達成したというのは至難の業。それを3年間のプロジェクトで成功しました。

また、フィルムに密着した膜をつくることは非常に難しいという課題であります。電子材料研究部と共同で、フィルムを前処理することで非常に高密着の膜ができるということも開発。その結果、銀ナノ粒子での回路パターンをつくっておいてめっき処理してやれば、曲げても剥れない、割れない、密着性のよい膜ができています。銀はどうしてもマイグレーションといって、ショートを起こしやすい。ウエットな環境におくと銀がイオン化し、相手方にたどり着いてショートする。それに対して究極の材料として考えられるのが銅ナノ粒子ですが、これは64nm くらいの銅ナノ粒子をつくることができます。ただ、銅ナノ粒子は活性が高くなると酸化されやすい。だから究極の難しい課題だと思われていたのですが、作製直後の銅ナノ粒子が、60日間空气中に

放置しておいても酸化されないという、日本でも有数の成果を私共の研究室で挙げることができました。

もう一つは、はんだの代替ができるということです。はんだは鉛と錫が入っていて環境によくない。それに替わるものとして、今は錫 - 銀 - 銅系の材料が使われています。処理温度が250 程度と高いので、ナノの低温焼結性を使って何とかできないかということで、これは銅の材料を、銀のペーストを使って加圧・熱処理することで結合させるというもので、結合性もよいです。銀ナノ粒子ですと加圧処理して、350 で処理するのですが、45 Mpa (メガパスカル) という高強度、銅の場合も 30 ~ 35 Mpa という高強度の接合が実現しています。これはナノマテリアル研究室と加工技術研究部の先進構造材料研究室との合同によるものです。

コンソーシアムとして今までやってきましたが、それに加えて集電の太陽電池の部分とディスプレイの部分、例えばこれをLED ですることが全部できるならば、よりプロジェクトの裾野が広がるわけです。太陽電池、あるいはLED のディスプレイも視野に入れて、もっとナノ材料技術をそうした先進のデバイス技術や太陽電池技術、リチウム電池技術に導入することができるのではないかと。プロジェクトは終わってしまったわけですが、これまで培ってきた、企業とともに取り組んできたナノの技術をさらに進化させ、省エネデバイスのところ展開できればもっと裾野も広がるし、環境エネルギーにつながるグリーンナノインダストリーに広がるのが可能であると思います。

#### グリーンナノコンソーシアムの設立

じつは本日、プレスリリースをしたところですが、私たちは「おおさかグリーンナノコンソーシアム」を設立することになりました。大阪市と連携して市工研が中心となって、今までの都市エリアだけの融合チームだけでなく、市工研には他の先進材料研究者もおりますので、そこに地域の企業や研究機関に入っただき、一緒になって展開していきたいと思っております。レジメの中に資料を入れておりますので、ぜひ参画していただきますようお願いいたします。10月29日には設立を記念した第1回グリーンナノフォーラムを開催します。大阪にはエネルギー関係の企業集積が進んでいます。そうした展開

から、安全・安心・競争力のある、持続性可能社会におけるグリーンナノインダストリーが構築できるのではないかと考えております。今までは川上の企業さんと一緒にやってきましたが、おおさかグリーンナノコンソーシアムで目指したいのは、その成果にさらに川中・川下企業さんとご一緒させてもらって、幅を広げていきたいと考えております。市工研の技術シーズを知っていただくために、今年

も11月2日にプレゼンテーションする場を設けますので、個々の技術シーズを見ていただきたいと思っています。その中には一緒にやっていけるネタがあるかもしれません。私が話しましたことは一部のこともかもしれませんが、私共が企業の皆さんにいろいろお手伝いができる研究所であることがご理解いただけたと思います。何かありましたら、ぜひともご相談ください。ありがとうございました。

