

Title	ポリイミドを出発材料とした高配向性グラファイトの開発とその応用に関する研究
Author(s)	西木, 直巳
Citation	
Issue Date	
Text Version	none
URL	<a href="http://hdl.handle.net/11094/45980">http://hdl.handle.net/11094/45980</a>
DOI	
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	西 木 直 巳
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 19656 号
学位授与年月日	平成 17 年 3 月 25 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 2 項該当
学位論文名	ポリイミドを出発材料とした高配向性グラファイトの開発とその応用に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 吉野 勝美  (副査) 教授 森田 清三 教授 尾浦憲治郎 教授 栖原 敏明 教授 八木 哲也 助教授 尾崎 雅則

## 論文内容の要旨

### 第 1 章 序論

グラファイト材料の中での本研究の位置付けと、開発研究経過を述べてた。高分子グラファイト化法は古くから研究は行なわれているが、バルク状のものは作られず、実用化されるには至っていなかった。本論文は、この高分子グラファイト化法の基礎的な研究と応用研究の報告であり、炭化水素ガス堆積法との違いを述べ、意義と目的を明らかにした。

### 第 2 章 実験装置の開発

この研究を進めるにあたり不可欠な超高温熱処理装置と、その周辺装置、及びそれが必要である理由を高分子のグラファイト化処理条件から述べていた。検討の結果 3000℃中でのホットプレスがグラファイト結晶の構造安定化に有効であることが明らかになった。その処理を安定して、安全に行なうためには、炉材の安定化、発生ガスの処理が必要となる。トラブルの実例を挙げ、対策を述べた。

### 第 3 章 ポリイミドのカーボン化及びグラファイト化

本章では、高分子グラファイト化法において、ポリイミドフィルムを出発材料とした場合のカーボン化及びグラファイト化過程を導電率、X線回折、ヤング率、TEM、レーザーラマンで観察し、そこから得られたグラファイトの構造について考察を述べた。また、厚さや熱処理条件を変えることによるグラファイト化後の差異を考察し、本研究で発明した柔軟化グラファイトシートの特性について述べた。

### 第 4 章 高配向性グラファイトブロックの開発

高配向性グラファイトのブロック化について述べた。高分子フィルムを出発材料としブロック化を行なうための高分子材料の選択、加熱・加圧の効果を明らかにし、150 mm×50 mm の面積で厚さ 12 mm のブロックの作製について述べた。また、得られたグラファイトブロックと HOPG の特性比較、及び、熱伝導性についての評価を行なった。

### 第 5 章 ベント状高配向性グラファイトブロックの開発

高配向性ブロックのベント成形について述べた。用途を拡大するために、高配向性を保ったまま形状制御できるかどうかを検討するため、ベント状成形について検討した。狙いは、X線を単波長化し、かつ、集光することにあった。評価方法も検討し、直接光に対して、240 倍の集光強度が得られた。

### 第 6 章 高配向性グラファイトの応用

本研究で開発したブロック状グラファイトの用途である中性子線や X 線の波長フィルター、STM 用標準試料、宇宙 X 線観測用薄板、音響用振動板について述べ、柔軟化シートの熱伝導シートとして用途例を挙げた。

## 第 7 章 結論

ポリイミド等の高分子材料のグラファイト化過程と得られた高配向性グラファイトの構造の考察、その高配向性グラファイトの形状制御技術の研究成果を総括し、その応用に関する要約を行ない、本論文の結論とした。

### 論文審査の結果の要旨

高分子を高温熱処理することによりグラファイトを作製する高分子グラファイト化法は古くから研究が行なわれているが、バルク状のものを作ることができず、そのため実用化されるには至っていなかった。本研究では、ポリイミドを出発材料とした高分子グラファイト化法の基礎的な研究を行い、高配向性グラファイトのバルク化・柔軟シート化に成功し、さらにそれを用いて各種の新規応用が可能であり、それらが優れた特性を有することを実証しており、得られた主な成果を要約すると以下の通りである。

- (1)高分子グラファイト化法で高性能グラファイトを得るのに、3000°C以上の高温と、その高温中でのホットプレスが有効であることを明らかにし、3200°C超高温炉と 3000°C-20 t プレス装置を開発し、それらの装置を安定に、かつ安全に使用するための周辺装置（タール除去装置、排ガス処理装置）も合わせて開発に成功している。さらにそれらを用いて高分子のグラファイト化処理条件を解明している。
- (2)グラファイト化に適するポリイミドと、そのグラファイト化過程における変化を寸法変化、重量変化、導電率変化、X線回折の変化、ヤング率の変化、レーザーラマンの変化から検討し、その結果、従来知られているグラファイトの導電率としては最も高い 32,700 S/cm を得ている。さらに、このポリイミドを出発材料とした高配向性グラファイトは、6~7 nm の極めて薄い良質のグラファイト薄層が積み重なった集合体であることを明らかにしている。
- (3)層状の結晶構造から推定し、硬いと考えられていたグラファイトに柔軟性を付与できることを見出し、この柔軟グラファイトシートは銅並みの熱伝導率を有し、密度は銅の 1/9 という軽量で、加工硬化が無く、圧縮復元性も高いという特性を有していることを明らかにしている。
- (4)高分子フィルムを積み重ねて、グラファイトをブロック化する方法を確立している。すなわち、25 μ m 厚のポリイミドフィルムを 1200 枚積み重ね、厚さ 12 mm×150 mm×50 mm のブロックの作製に成功し、従来の最高のグラファイトとみなされてきた HOPG より優れていることを明らかにしている。
- (5)グラファイトを高結晶配向の状態で一軸方向、さらに二軸方向にベンディングしてトロイダル状に成形する方法を確立し、これにより X 線光源を集光し 240 倍の集光強度が得られることを実証している。
- (6)以上で作製した高配向性グラファイトの中性子線や X 線の波長フィルター、宇宙 X 線観測用薄板、音響用振動板、熱伝導シートなどとしての応用開発に成功している。

以上のように、本論文は新しい手法により高配向性ブロック状グラファイト、柔軟グラファイトシートの開発とその応用開発に成功しており、電子工学に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。