

MAX相（先端2D材料MXeneの前駆体） の革新的合成方法

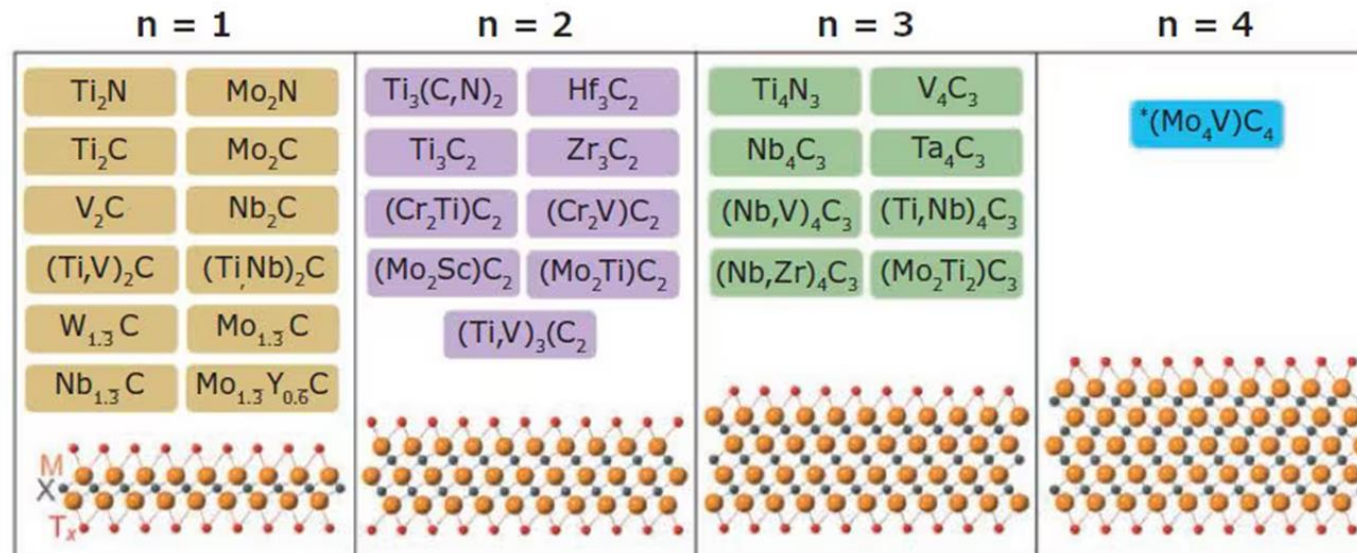
関西大学 システム理工学部 物理・応用物理学科
教授 稲田 貢

2024年9月17日

MAX相、MXeneとは

MXene

- ・遷移金属の炭化物または窒化物
- ・ポストグラフェン^{*})と呼ばれる二次元材料
- ・多くの種類があり、様々な分野に応用が期待されている



MAX相、MXeneとは

MAX相

1960年に発見された導電性セラミックス

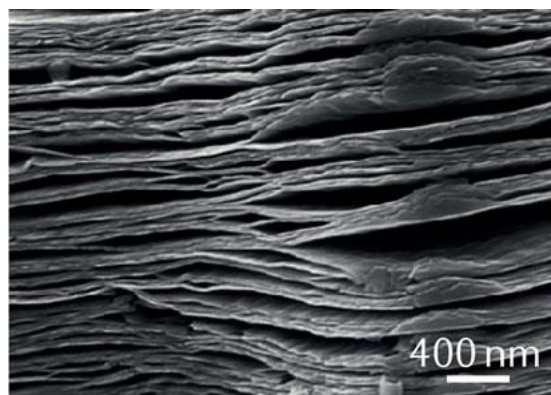
→古くから知られた材料

特徴：**金属結合と共有結合**の両方を有する層状結晶

金属の特性（導電性、熱伝導性、快削性など）

セラミックスの特性（高温強度、耐酸化性、耐摩耗性）

※MXeneの発見：2012年 Drexel大学のグループ



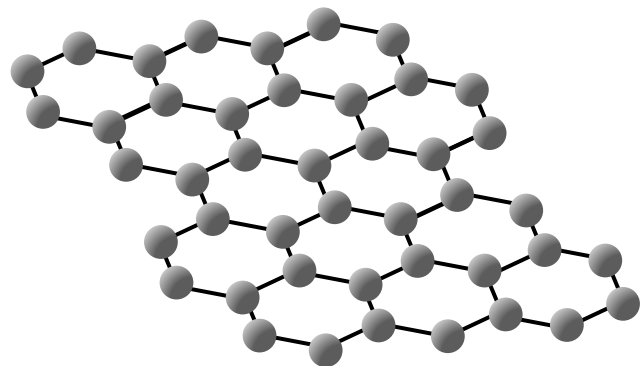
MAX相の耐酸性の調査過程でナノシートを発見



MXene

MAX相、MXeneとは

グラフェン (参考)



炭素原子が六角形の蜂の巣状に配置した2次元材料。

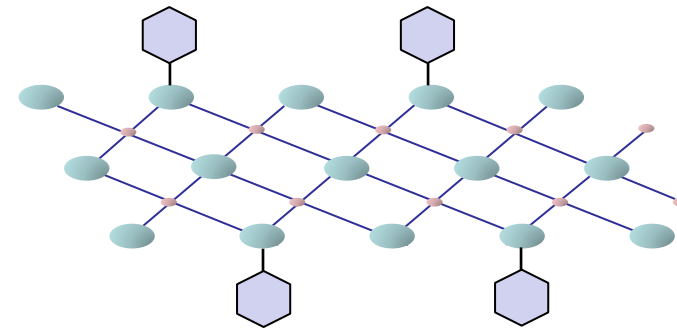
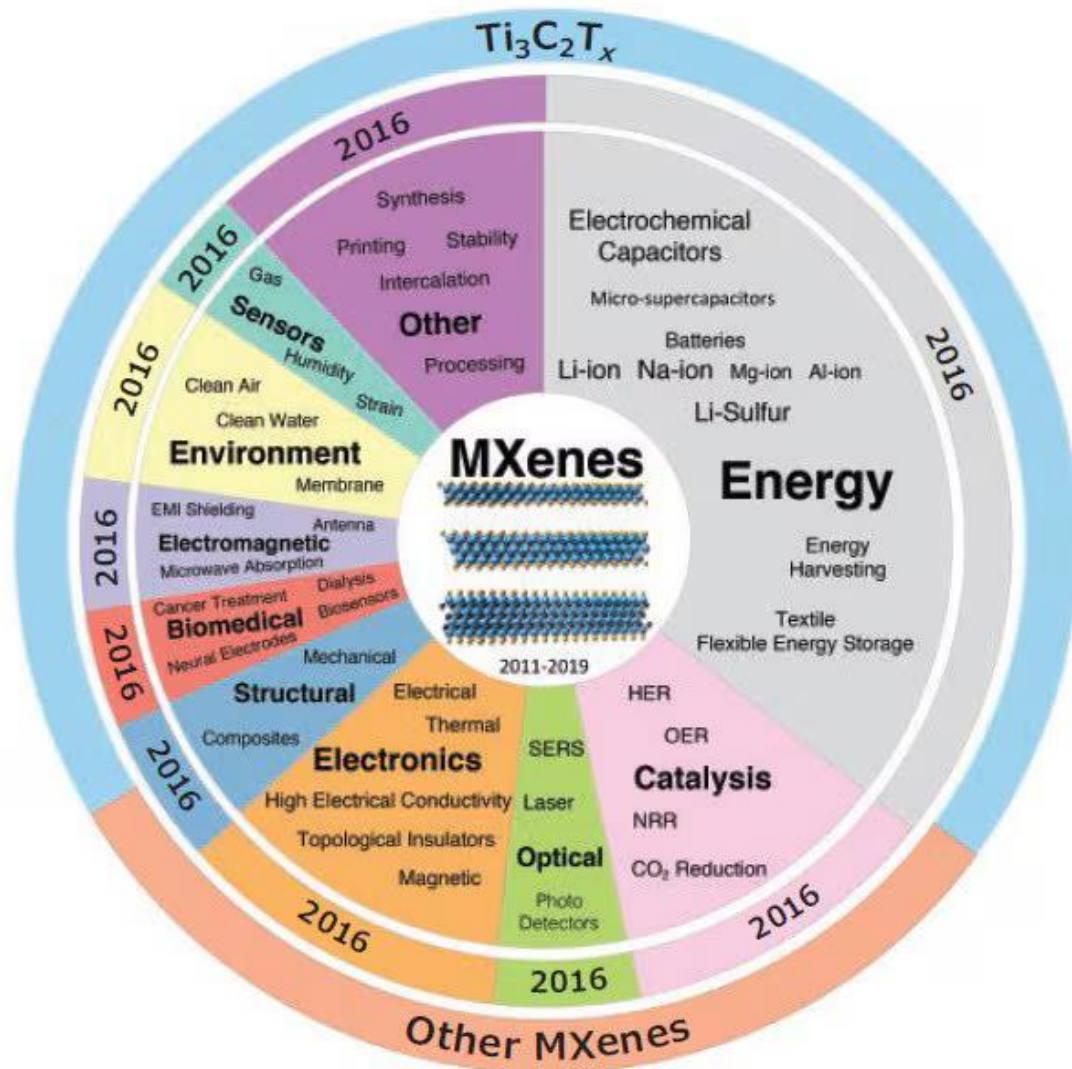
(特徴)

- 原子 1 層の厚さ
- 透明でしなやか
- 金属よりも高い電気、熱導電性

(応用分野)

- 透明電極、トランジスタ、メモリー素子
- ガスセンサー、赤外線センサー、光変調器
- 蓄電デバイス
- バイオセンサー

MXeneの応用分野



グラフェンとは異なり様々な分子（官能基）を結合させることが可能



高い機能性を付加することができる

MXeneの作成方法

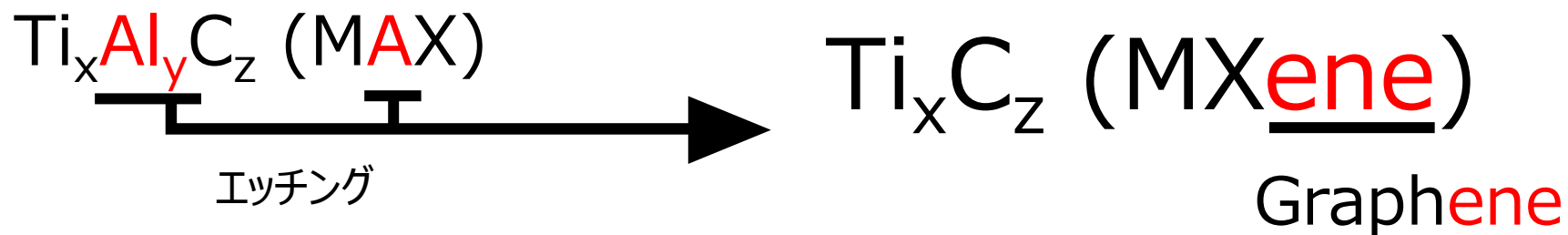
MAX相から「A」をエッチングして二次元シートに剥離

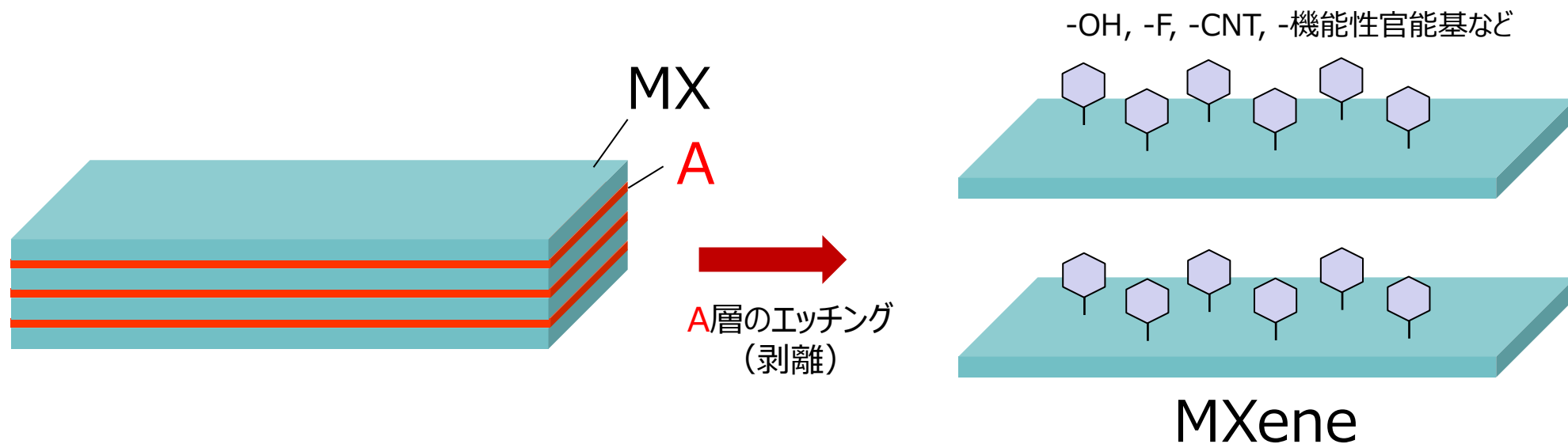
M (遷移金属)

A (+3価の金属)

X (炭素または窒素)

M=Ti、A=Al、X=Cとして $Ti_xAl_yC_z$ の組み合わせで安定な物質をMAX相と呼ぶ





MXeneの高い機能性の理由

- 様々な元素の組合せが可能
- 表面積が大きい
- 機能性官能基の付与が可能
- 高い電気伝導性
- 新規な電子構造の可能性 (ディラック、トポロジカル系)

MXene研究の問題点

1) MAX相の合成が容易でない

- ・1500℃程度の高温加熱が必要
- ・高圧下での加熱を必要とする場合もある
- ・数時間にも及ぶ長時間加熱が必要

2) MXeneに適したMAX相の入手が困難

- ・高圧合成で作ったMAX相はA層エッチングが難しい

MXene研究は限られた供給者からMAX相を購入

- ・国内販売は1社のみ
- ・多種多様なMAX相が入手できない

主なMAX相の合成法（従来技術）

	製造技術の概要	焼成時間	高温炉	加圧炉	設備費	MXeneへの適用性
無加圧合成法	原料ペレットを高温炉で焼成	数時間	要	不要	高価	○
自己伝播高温合成法	パルス通電	数分	不要	不要	安価	△*)
物理蒸着法 レーザーアブレーション アークプラズマ	原料元素ターゲットを用いて基板上に物理的に堆積 薄膜状の試料しか作成できない	数分	不要	不要	高価	△
ホットプレス法	原料をダイに入れ焼成	10時間	不要	要	高価	×
スパークプラズマ法	原料をダイに入れ焼成	数分	不要	要	高価	×

*) 制御性、再現性に課題

望まれるMAX相合成法

- 1) 合成装置が安価であること
- 2) 合成時間が短いこと
- 3) MXeneに適したMAX相が合成できること



誘導加熱法＋自己伝播高温合成法

短時間・低コストでMAX相合成を実現

制御性、再現性も良好。

装置コスト (1/10)	消費エネルギー (1/30)	所要時間 (1/20)
--------------	----------------	-------------

*)

*) 本研究者推定

MAX相合成法の比較

○本技術（新技術）

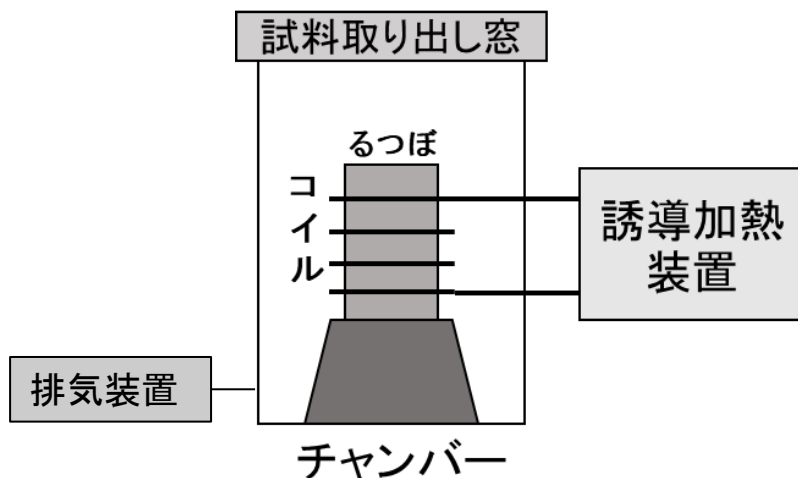
	製造技術の概要	焼成時間	高温炉	加圧炉	設備費	MXeneへの適用性
誘導加熱+自己伝播高温合成法 (SHS)	原料を誘導加熱でSHS反応を発生させる。	数分	不要	不要	安価	○

○従来技術

	製造技術の概要	焼成時間	高温炉	加圧炉	設備費	MXeneへの適用性
無加圧合成法	原料ペレットを高温炉で焼成	数時間	要	不要	高価	○
自己伝播高温合成法	パルス通電	数分	不要	不要	安価	△
物理蒸着法 レーザーアブレーション アークプラズマ	原料元素ターゲットを用いて基板上に物理的に堆積 薄膜状の試料しか作成できない	数分	不要	不要	高価	△
ホットプレス法	原料をダイに入れ焼成	10時間	不要	要	高価	×
スパークプラズマ法	原料をダイに入れ焼成	数分	不要	要	高価	×

本技術の特徴

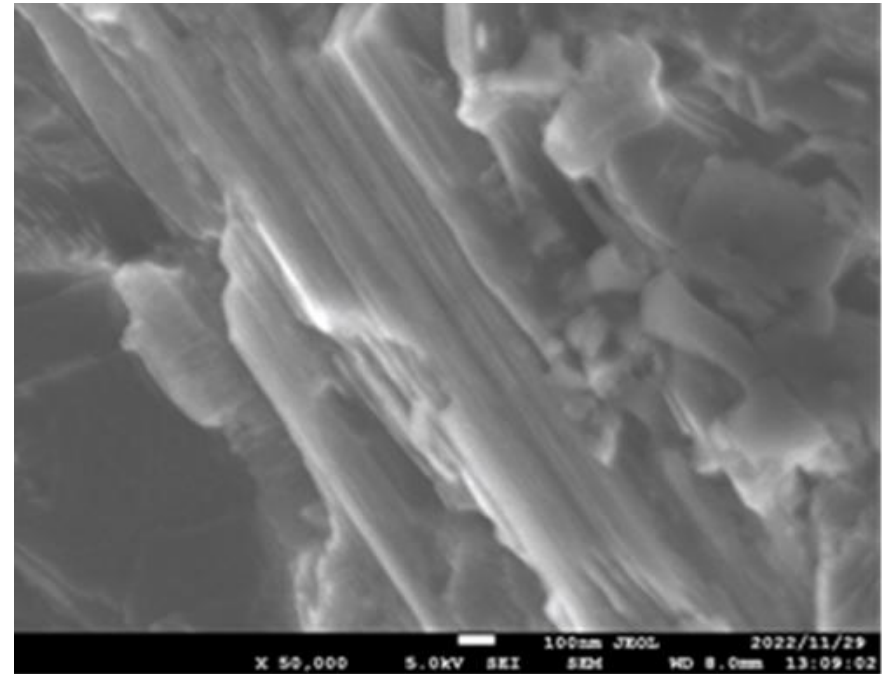
- コイルと高周波発信器を組み込んだIH焼成チャンバー
- カーボンルツボのみを昇温
- カーボンルツボの中にセットされた試料が局所加熱され自己伝播高温合成を誘発
- 合成過程を観察可能



- IHの急速加熱により、加熱開始からわずか1分たらずで自己伝播高温合成が起こり、MAX相が合成された。

(次ページ写真参照)

本技術の特徴



合成した Ti_3AlC_2 のSEM像

典型的なMAX相である Ti_3AlC_2 や V_2AlC 、 Nb_4AlC_3 の合成を確認
本手法は汎用性の高いMAX相合成法

本技術の特徴（実験の様子）

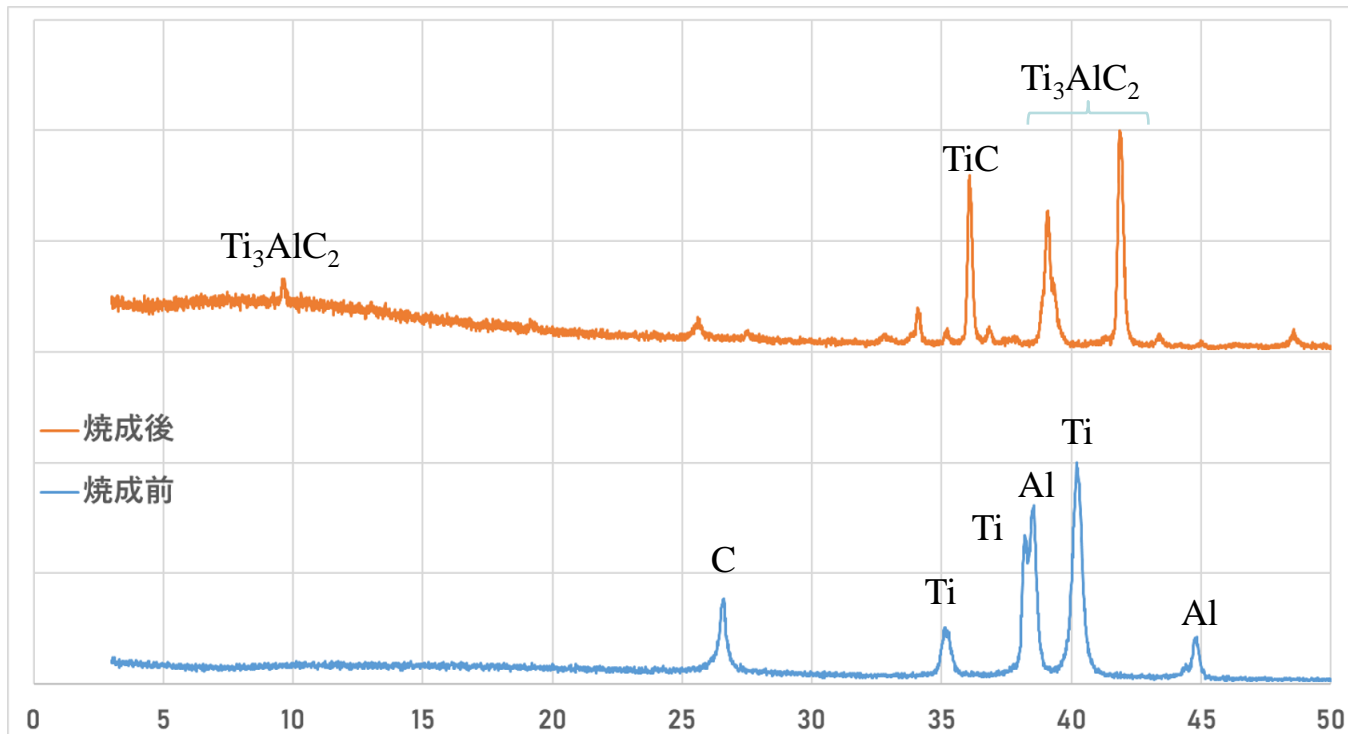
開発装置でのSHS合成の様子

本技術の特徴（実験結果）

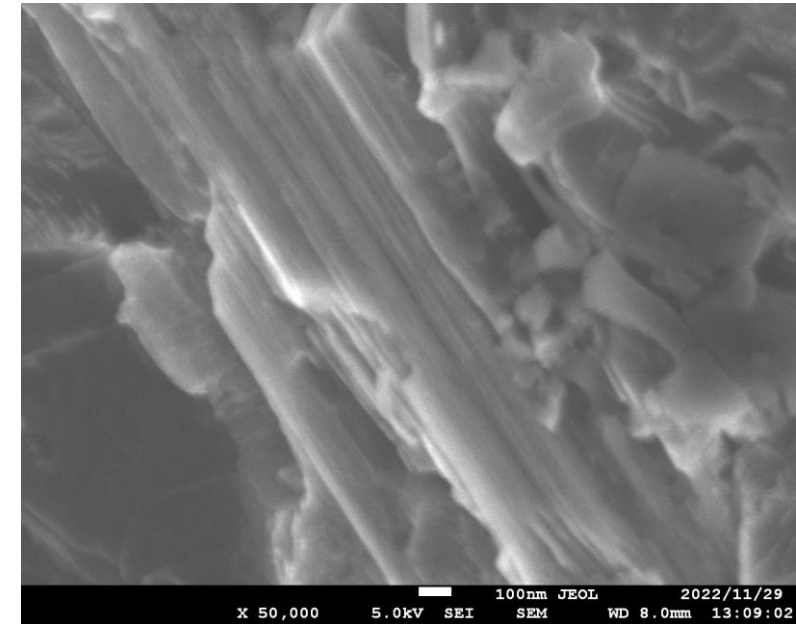


Ti₃AlC₂ MAX相の合成

自己伝播高温加熱合成反応（SHS反応）



XRDスペクトル



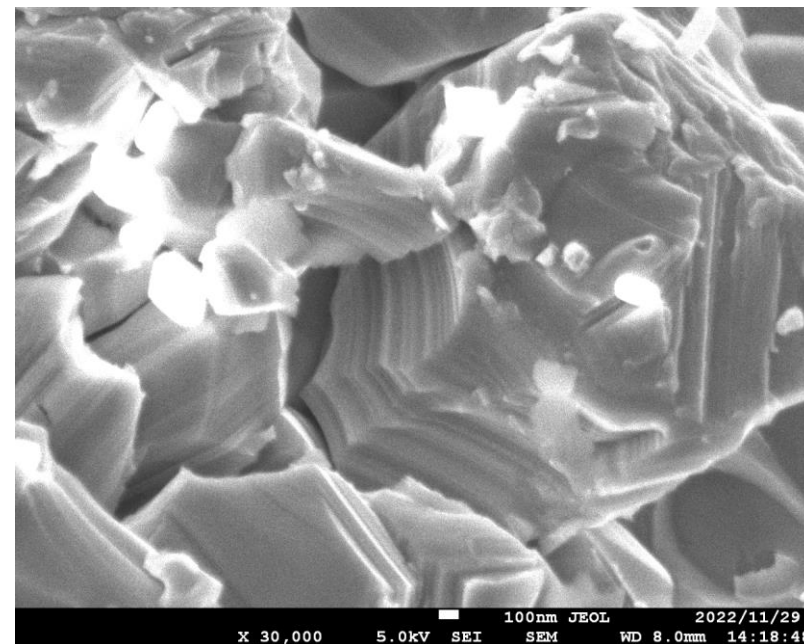
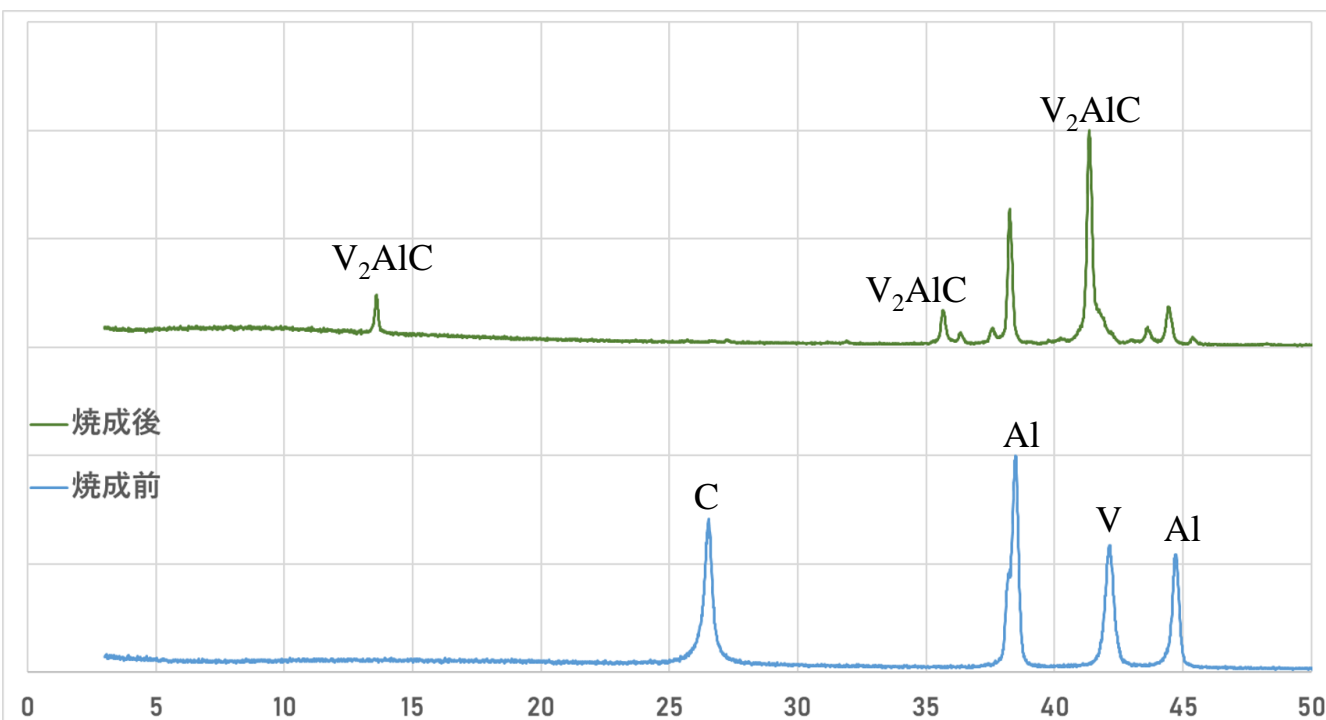
SEM像

本技術の特徴（実験結果）



V_2AlC MAX相の合成

自己伝播高温加熱合成反応（SHS反応）



SEM像

XRDスペクトル

想定される用途

MXeneは組成や表面の末端元素（分子）をカスタマイズできるので様々な分野への応用が期待されている

- ①エネルギー分野 : 蓄電材料（二次電池電極、スーパーキャパシタ）
- ②環境分野 : 触媒（水素生成、酸素生成、メタネーション）
フィルター（浄水フィルタ）
センサー（ガスセンサー）
- ③エレクトロニクス分野 : デ스플레이材料
- ④医療分野 : バイオセンサー、制がん作用
- ⑤基礎物理学分野 : トポロジカル絶縁体、スピントロニクス

今後の展開

1. 現在取り組んでいること

- ・SHSの**合成過程**の解明
- ・MAX相合成条件の最適化
- ・**未実現のMAX相**の合成
- ・本装置の材料**汎用性**の確認

2. 今後取り組みたいと考えていること

- ・MAX相への**機能付与**の取組
- ・**ガス雰囲気下**でのMAX相合成の取組
- ・MAX相合成技術の**スケールアップ**（装置の改造、更新）

企業への貢献、期待、PRポイント (MAX相、MXeneについて)

- 1) 可能性を追求したい企業様
 - ・連携してMXeneの可能性を追求することを希望します。
 - ・簡単にMAX合成できる手段が入手できます。
 - ・センサーやデバイスに関わる本研究者の知見が活用できます。
- 2) 事業展開を進めておられる企業様
 - ・量産化技術の共同研究を希望します。
 - ・本技術及び実験ノウハウが提供できます。
- 3) 合成装置を開発されている企業様
 - ・共同取り組みを希望します。
 - ・MAX相合成装置の開発が進展します。
 - ・本技術及び開発ノウハウが提供できます。
- 4) 研究者の皆様
 - ・新機能発見と一緒に取り組みませんか？

本技術に関する知的財産権

- 発明の名称 : M A X 相化合物の製造方法
- 出願番号 : 特願2024- 011249 (未公開)
- 出願人 : 学校法人関西大学
- 発明者 : 稲田貢

お問い合わせ先

関西大学
産学官連携センター

TEL : 06 - 6368 - 1245
e-mail : sangakukan-mm@ml.kandai.jp