

地圏環境政策学分野 Geosphere Environment  
 環境材料政策学分野 Study of Functional Materials  
 環境物質政策学分野 Control of Environmental Materials

## 環境調和型新素材素子製造と 新たな資源循環システムを目指して

Towards Establishing Environmentally Benign Material Synthesis  
 and Devices and New Material Circulation Systems.



教授 白鳥 寿一  
 Professor  
 Toshikazu Shiratori



教授 鳥羽 隆一  
 Professor  
 Ryuichi Toba



准教授 下位 法弘  
 Associate Professor  
 Norihiro Shimoi



助教 大橋 隆宏  
 Assistant Professor  
 Takahiro Ohashi



助手 白岩 佳子  
 Assistant  
 Yoshiko Shiraiwa

This DOWA Holdings Co., Ltd. Sponsored laboratory was inaugurated in FY 2004 and comes under the endowed division of Graduate School of Environmental Studies. The main study aim of our laboratory is to solve the problems for conservation of our environment taking the viewpoints of both manufacturer and high-consumption society into consideration. The researches in this division are categorized mainly into (a) establishing the process of valuable material resources released in the society and control, recycle and dispose of them efficiently and safely, (b) inventing the preparation of functional materials that can nurture environmental friendly engineering applications such as electronic devices to relieve impact on the environment.

### 地圏環境政策学分野 Geosphere Environment

#### [ 循環型社会構築に関わる研究 ]

本分野では、地圏環境における汚染物質の分離・分解、循環型社会を構築する上での電子・電気機器廃棄物等からの資源リサイクル技術・社会システムなどの研究を推進している。

循環型社会システムの観点からは、最新の EU の動きについての研究を継続している。本年はドイツ環境省 (Umweltbundesamt) を訪問し、改正 WEEE 指令 (Waste Electrical and Electronic Equipment Directive) の国内法 (ElektroG2) への展開について調査した。また、循環経済パッケージ (Circular Economy Package) に関しても関連団体と意見交換を行った。

地圏環境における汚染物質に関し、本年のトピックとして、タイ王国で地下水監視を主体とする新法が施行されたことがあげられる。当研究科は土壌地下水汚染の知見を多く持っているため、タイの工業省 (DIW) より招かれて、白鳥教授らがバンコクにてセミナーを行った。セミナーではタイ王国のカセサート大学 (Kasetsart University) からも参加しており、今後、当研究科とこの分野で研究を相互に実施していくことで合意した。



Fig.1 Ms. Regina in charge of WEEE Directive and Ms. Nicole in charge of Battery Directive joined our meeting at the German Ministry of the Environment.

We are mainly focusing on the degradation of contaminants in the geosphere environments and the development of recycling technology and social system of secondary resources.

From the viewpoint of the Circular Economy, we visited the German Ministry of the Environment, and investigated about the domestic WEEE system named "ElektroG2" that was amended after the enforcement of new WEEE Directive (Waste Electrical and Electronic Equipment). In addition, we have been contacting with some organizations about circular economy policy.

In the geopolitical environment, we have been concentrated to Thai-cooperation in this year. It was enforced the new law, mainly based on groundwater monitoring in Thailand, and they needs more information.

Our Graduate School has a lot of knowledge of soil and groundwater pollution, so we are invited by DIW (Department of Industry Works), and lectured to their members in the seminar with Kasetsart University's lecturers. Also, we have agreed to conduct the research and the cooperation in this field mutually.



Fig.2 Prof. Komai, Prof. Inoue and Prof. Shiratori lectured about the contaminated soil & groundwater to Thai DIW members.

### 環境材料政策学分野 Study of Functional Materials

当研究室では、紫外線領域での受発光デバイスの研究開発を行っている。電子線励起型の発光デバイスでは、AlN 下地層の結晶性向上、MQW 発光層の平坦性向上を行い、発光効率は前年度に比べ 1.2 倍となった。内部量子効率としては、80% とほぼ上限に達しているため、光取出し効率向上のための各種基礎試験を開始した。図 3 は光取出し側のサファイア表面のテキスチャー構造の形成工程の一例を示す。パターンマスク形成は通常フォトリソならびにナノインプリント技術を用い、サファイアのエッチングは BC I 3 系のガスをを用いた ECR ドライエッチングによる。

受光素子では、Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N の Al 組成 X ならびに受光層の厚み、キャリア濃度をパラメータとして好適条件を探索した。分光受光感度評価(Photo I-V)、Photo-Capacitance 法、で光応答度を評価した。結晶欠陥は受光特性に影響を与える懸念があるため、低温 PL 法や光吸収法での基礎評価も開始した。図 4 は殺菌効率が最大である 265nm 近傍の波長にのみ受光感度を有する試作素子の応答度特性を示したものである。バンドパスフィルタを用いた Si 受光素子よりも、高い受光感度を有することが示された。

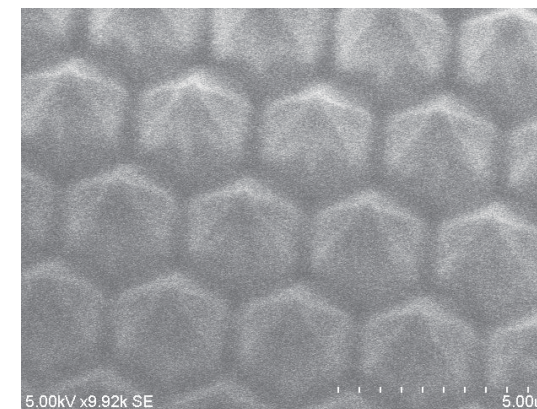


Fig.3 Texture formation of sapphire substrate by dry-etching.

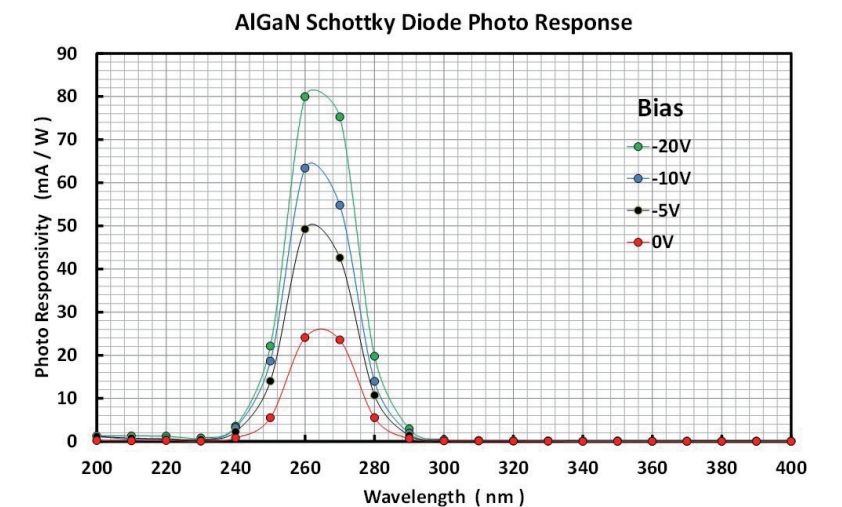


Fig.4 Photo responsivity of the AlGaIn photodetector.



[ 単層カーボンナノチューブ (SWCNT) の平面発光デバイスへの応用 ]

照明デバイスの省エネ化への改善に対する要求は依然高く、我々は単層カーボンナノチューブ (SWCNT) を用いた電界電子放出 (Field Emission ; FE) 駆動による平面発光デバイスの実用化を検討している。

従来、FE 駆動型電子デバイスにおいてカーボンナノチューブの電子放出寿命の短さが実用化に対する阻害要因になっていた。高信頼性かつ省電力駆動を達成するため、高結晶化した SWCNT を均一に分散した塗膜を電子放出素子として用い FE 電子放出寿命を直流電圧駆動で 400 時間超を達成することに成功した。高結晶化 CNT の湿式均一分散は界面活性剤が CNT 表面に修飾せず、難易度が非常に高い。我々は、界面活性剤が修飾できる程度の結晶性を保った CNT を分散処理した薄膜を形成し、その後高温真空アニール処理で CNT の結晶化を改善する手法を見出した。CNT を用いた電子デバイス開発において本結果は非常に意義のある成果であり、今後高結晶化 CNT の電子デバイスへの応用開発が進展するものと期待する。

さらに我々は本研究成果の実用化を目指すべく、他研究機関と共同研究体制を立ち上げ、電子デバイスとして当該 FE 電子源が実用性に耐えられるか厳しく精査しながら素子としての特性改善を遂行している。

Our study theme in this division is to construct devices and produce new materials for saving or effective utilization of energy.

----- Invention of flat panel lighting device for saving energy

We focus on lighting devices with high power consumption in our living environment, and study to create new flat-type luminaires with lower power consumption than present devices. Carbon nanotubes (CNTs), as one electron emissive assembly in light emission materials, are applied into the flat lighting device. We attempt to introduce CNTs positively in electric device for the first time in a world.

[ 高容量・高速充放電対応リチウムイオン二次電池 負極活物質の創製 ]

本研究は、リチウムイオン二次電池の電極材として Si を利用し、コンポジット化によって理論的に導き出されている、容量限界までの高速充放電を何回でも可能にするための電気特性を持った二次電池を創製することを目的としている。

電池を大容量化し、かつ多数回の繰り返し充放電を可能にするためには Si を主材料として活用することは必要不可欠である。我々は Si、酸化銅 (II) CuO (or 銅 Cu)、酸化リチウム Li<sub>2</sub>O をメカノケミカルプロセスで粉碎合成した活物質を用い、3500mAh/g 超の高容量で 800 サイクル以上安定した高速充放電を行う組成を発見した。当該合成物はナノ~サブミクロン径 Si-Li&Si 合金-Si 酸化物コンポジット構造を形成している。負荷特性において、Si-CuO 粉碎型活物質と比較して高速充放電に適した組成の基礎構造構築に成功し、実用化に向けた特性評価を推進していく。

----- Construction of a charge system with high power output, long cycle property and microminiaturization.

We develop to construct an accumulation of electricity with good charge-discharge characteristics in order to save renewable energy or surplus power from co-operative energy. Active materials and anode/cathode electrodes in a lithium-ion secondary battery, which is a base system of energy storage system, are researched available to obtain a high capability and long charge-discharge cycle properties in our laboratory.

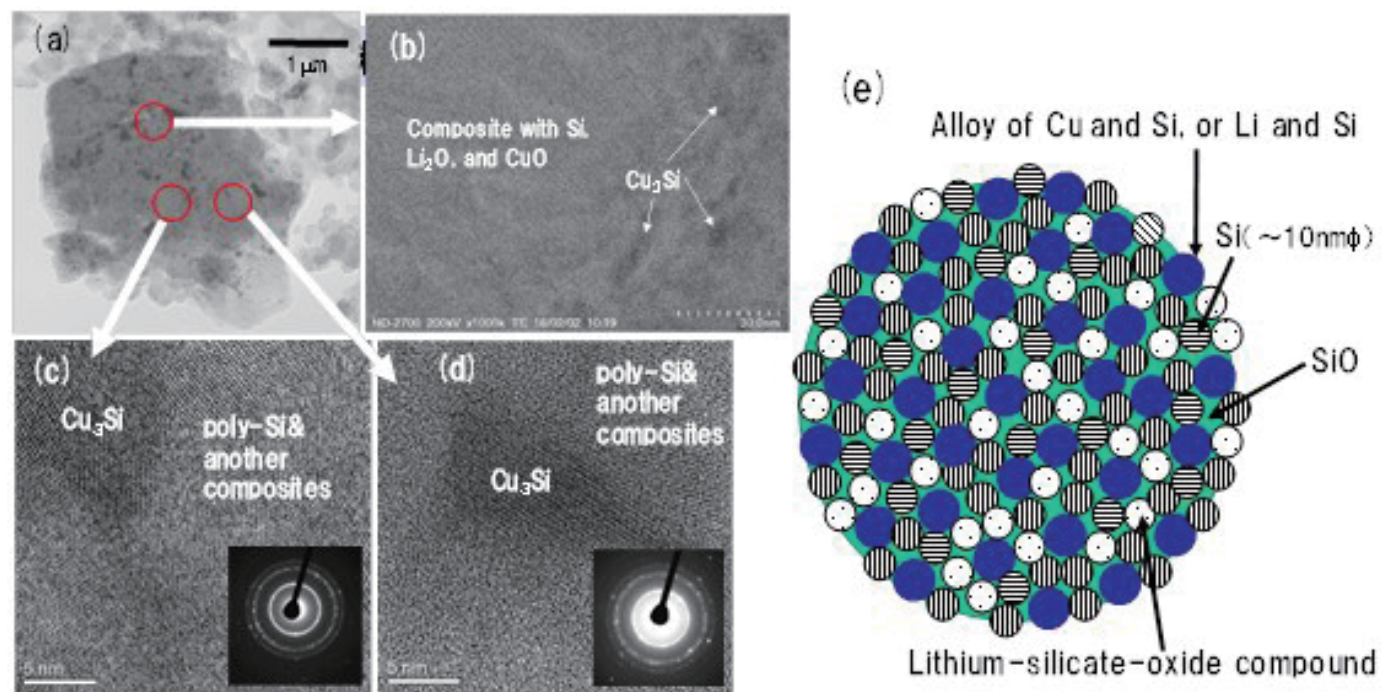


Fig.5 STEM images of the Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO composite. (a) SEM image showing the cross-sectional view of the microscale particles obtained by grinding Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO. (b) STEM cross-sectional view of the composite particle. (c),(d) Enlarged STEM images of the areas marked in (a). Black dots indicate Cu<sub>3</sub>Si alloy grains in the composite particle. STEM image insets indicate the diffraction patterns of Si (110) and amorphous silicate compounds. (e) Structural image of the Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO composite as an aggregate of Si and Cu<sub>3</sub>Si nanoscale grains on amorphous silicon monoxide with a Li-silicate oxide compound (likely Li<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) and a Li-Si alloy (likely Li<sub>4</sub>Si).

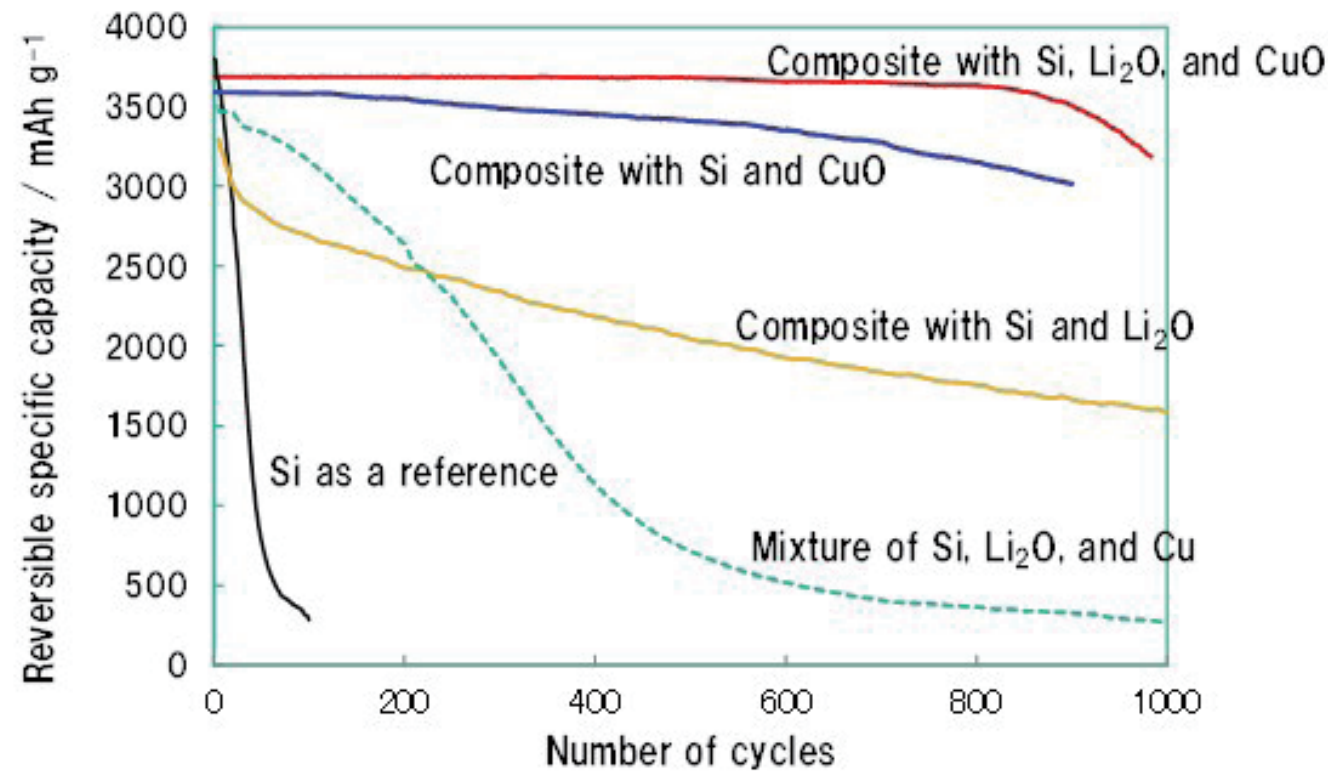


Fig.6 Comparison of cycling properties of an anode with the prepared composite of Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO (red line), a composite of Si and CuO (blue line), a composite of Si and Li<sub>2</sub>O (green line), a mixture of Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO (dotted line), and Si particles as a reference (black line). The attenuation observed for the composite of Si, Li<sub>2</sub>O, and CuO after 800 cycles is due to peeling of the film from the Cu foil.