

ナノテック、生命科学での幅広い応用が期待される、水溶性フラーレンナノ粒子を簡便に合成する手法を開発した。

フラーレン（球状炭素分子）に化学修飾によって水溶性を付与することで、水中で単分子として分散するようにする材料技術です。このような材料の開発により、ナノテック、生命科学をはじめとする広範な分野でのフラーレンナノ粒子の利用が期待されます。

- これまでの水酸化フラーレンの合成は2段階でおこなっていましたが1段階でできる方法を確立しました。これにより大幅な製造コストの低減と量産化への道を拓きました。
- ラジカル捕捉能^(注1)や抗菌活性の特徴も見出され、ナノテックからライフサイエンスまで、幅広い分野に応用が可能です。
- 半導体研磨に使われる砥粒としてこの水溶性フラーレンを使うと高い平坦性が得られることを確認しました。

競合技術への強み

	製造コスト (円/g)	反応時間 (h)	量産性
2段階 合成法 (従来法)	△ 数万円/g	△ 96時間	△ 中間原料誘導体の合成が困難である
1段階 合成法 (本研究)	○ 数千円/g	○ 16時間	◎ 混合フラーレンも使用可能、操作容易である

▲2段階合成法と1段階合成法による従来技術と本研究の比較

ここがポイント

フラーレンは、発見以来、多くの可能性を期待された物質ですが、水や有機溶媒に難溶性であることが応用を妨げていました。2003年に工業スケールでの大量生産が開始され、カーボンや樹脂等と混ぜると性能が向上するとしてスポーツ用品等の材料へ使われてきましたが、特に水には不溶であることが課題となり、応用先用途は限定されていました。

本研究は、フラーレンの炭素骨格表面に多数の水酸基を導入することで水溶性の大幅な増加が得られることから、安価な過酸化水素水を用いて平均36〜44個程度の水酸基をもつ「水溶性フラーレン」を簡便に合成する方法を開発しました。

従来技術の2段階合成法ではフラーレンC₆₀に発煙硫酸を反応させて12個程度のOH基を導入した後、さらに30%過酸化水素水を4日間作用させてOH基を36個程度導入していましたが、本研究の1段階合成法では相間移動触媒（TBAH）を用いて30%過酸化水素水を含む有機溶媒を直接フラーレンC₆₀に作用させて16時間で44個のOH基を導入することに成功しました。

ブレイクスルーへの道のり

1985年：ダイヤモンド、グラファイトに続く球状炭素同素体フラーレンC₆₀の発見。

1996年：フラーレンC₆₀の発見者のSmalley、Kroto、Carl博士らがノーベル化学賞を受賞。

2003年：フラーレンの工業スケールでの大量生産

が始まる（工業グレードのC₆₀、C₇₀などの水溶性のない混合フラーレンでは500円/gに）。

2004年：フラーレンの用途開発が活発に研究される中、小久保らは水溶性の乏しさに着目、安価に中性条件で水に高溶解させる研究を行う過程で、過酸化水素水を用いると水酸基が30個以上もフラーレンに導入できることを見出し、水溶性水酸化フラーレンC₆₀(OH)₃₆・8H₂Oの特許を出願した。

2005年：上記発明の記事が日本経済新聞に掲載された影響で、同じ大阪大学工学研究科内の機械工学専攻三好隆志教授・高谷裕浩助教授（現教授）・林照剛助手（現助教）との学内共同研究がスタート、CMP研磨スラリー^(注2)に水酸化フラーレンを添加すると銅ウエハの平坦性がナノレベルで達成できることを見出し、共同特許出願を行った。

2006年：予備的な研究成果を踏まえ、平成18年度第1回産業技術研究助成（期間2年）に応募、採択された。実用化に向けた合成法の確立と高い研磨効果を持つフラーレンナノ粒子のスクリーニングを行った。

2007年：ベンチスケールにて世界で最も水酸基数が多いC₆₀(OH)₄₄・8H₂Oの合成に成功。SEMICON JAPAN、Nanotechなどの展示会を通じてサンプル供与を開始を発表、いくつかの企業からの引き合いを得た。CMP研磨スラリー以外の用途開発も進め、抗菌活性などを見出す。

2008年：ある用途で企業との実用化共同開発へと発展、安全性の試験や近い将来の実用化を目指してさらに研究が進行中。

■サクセス・キー

本プロジェクトは学内での異分野共同研究であり、化学、機械それぞれの専門分野をお互いにカバーし合って研究を進めることができました。同じ研究科内という地の利を活かし、また、同世代の若手教員どうしてあったため、情報交換・サンプル供与・ディスカッションなどが円滑にかつスピーディーに行えました。また、実用化のための「コストありき」の研究理念で合成開発を行いました。さらに、優秀な学生や企業研究員、営業担当者や産学連携コーディネーターと接する機会に恵まれ、密に情報交換を行い、社会的ニーズを大切にしました。

■ネクスト・ストーリー

実用化に向けて、C₆₀(OH)₄₄・8H₂Oの合成プロセスのさらなる低コスト化をはかっていきたいと考えています。用途やニーズに応じた水酸基数の自在なコントロール、広範なサンプル提供を考えています。また、並行して、生体に対する安全性試験や細胞レベルでの分子挙動の解明、環境毒性試験、長期



▲水酸化フラーレンの実物写真と分子構造モデル図

安定性試験を進め改善を目指していきます。すべての安全性をクリアできれば、コストに見合う用途から順次実用化を目指したいと考えています。

(注1) ラジカル捕捉能：化学的活性に富む遊離基、活性酸素等を捕捉し抗酸化剤として使われる。

(注2) CMP研磨スラリー：Chemical Mechanical Polishing（化学的機械的研磨）といわれる半導体研磨工程の一つに使われる、砥粒および化学的成分を両方含んだ研磨水溶液。



プロジェクトID・研究テーマ名・年度

06A21004d「半導体研磨プロセス用超親水性フラーレンの開発」（平成18年度第1回公募）

代表研究者・所属機関・所属部署名・役職名

小久保 研 大阪大学
大学院工学研究科応用化学専攻 講師