

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2023-146731  
(P2023-146731A)

(43)公開日 令和5年10月12日(2023.10.12)

(51)Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
D 0 6 M 11/83 (2006.01)	D 0 6 M 11/83	4 L 0 3 1
G 2 1 F 3/02 (2006.01)	G 2 1 F 3/02	B
G 2 1 F 1/08 (2006.01)	G 2 1 F 1/08	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)

(21)出願番号	特願2022-54083(P2022-54083)	(71)出願人	505374783 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 茨城県那珂郡東海村大字舟石川765番地 1
(22)出願日	令和4年3月29日(2022.3.29)	(71)出願人	516052870 S i d d a r m a r k 合同会社 東京都中央区銀座7-13-6 サガミビル2階
		(74)代理人	110002860 弁理士法人秀和特許事務所
		(72)発明者	広田 憲亮 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002番地 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 大洗研究所内

最終頁に続く

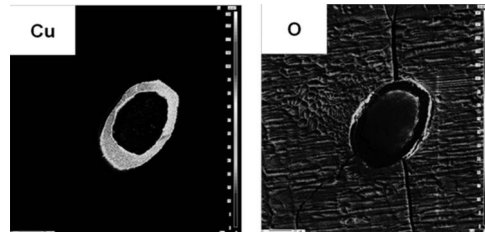
(54)【発明の名称】複合糸、複合糸の製造方法、及び複合シート

(57)【要約】

【課題】強度及び柔軟性に優れた、放射線遮蔽材料としても使用しうる複合糸を提供することを課題とする。

【解決手段】カーボンナノチューブヤーンと、前記カーボンナノチューブヤーンの表面を被覆する銅めっき層と、を備える複合糸であって、前記複合糸の引張強度が700MPa以上であり、引張伸びが1.5%以上であり、且つ電気伝導度が $10.0 \times 10^6$  S/m以上である、複合糸により、課題を解決する。

【選択図】図6



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

カーボンナノチューブヤーンと、前記カーボンナノチューブヤーンの表面を被覆する銅めっき層と、を備える複合系であって、

前記複合系の引張強度が700MPa以上であり、引張伸びが1.5%以上であり、且つ電気伝導度が $10.0 \times 10^6$  S/m以上である、複合系。

## 【請求項 2】

銅以外の金属めっき層をさらに備える、請求項 1 に記載の複合系。

## 【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載の複合系を含む複合シート。

10

## 【請求項 4】

放射線防護服用である、請求項 3 に記載の複合シート。

## 【請求項 5】

下記工程 (i) ~ (iii) を含む、複合系の製造方法。

(i) カーボンナノチューブヤーンを提供する工程と、

(ii) 前記カーボンナノチューブヤーンを銅めっき処理して、複合系を製造する工程と、

、

(iii) 前記複合系を真空条件下かつ600 以上750 以下で加熱処理する工程。

## 【請求項 6】

前記工程 (iii) において、前記加熱処理後にさらに銅以外の金属めっき処理を行う、請求項 5 に記載の複合系の製造方法。

20

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、複合系、複合系の製造方法、及び複合シートに関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、 $\gamma$ 線、X線および中性子線といった放射線の遮蔽材料が様々な用途において用いられている。例えば、廃炉となっている福島第一原子力発電所内で作業を行う作業員や、病院等のX線技師、及び宇宙空間において船外活動を行う宇宙飛行士が着用する衣服には、放射線遮蔽材料として主に鉛が用いられてきた。しかし、鉛は比重が大きく、作業者は重い鉛をエプロン状にしたものを着用する必要があり、身体的負担が大きかった。また、鉛は毒性があることから放射性廃棄物としての処理も難しかった。さらに、鉛は鋼よりも引張強度が低く、強度面での課題があった。

30

## 【0003】

特許文献 1 及び特許文献 2 では、タンゲステン (W) 及びガドリニウム (Gd) を含む放射線遮蔽材料が提案されている。この放射線遮蔽材料は、 $\gamma$ 線だけでなく中性子線に対しても優れた遮蔽能を示し、さらに使用上十分な機械的強度及び耐熱性を有する。

40

さらに、一般的にスズ (Sn) を含む放射線遮蔽材料は  $\gamma$ 線に対して優れた遮蔽能を示すことが知られている。

## 【0004】

特許文献 3 では、加工性に乏しい金属 W 又は  $WO_3$  を粉末状にし、焼結することにより、目的の形状に成形する放射線遮蔽材が提案されている。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0005】

【特許文献 1】特開 2008 - 8656 号公報

【特許文献 2】特開平 4 - 175698 号公報

50

【特許文献3】特開平4 - 143697号公報

【特許文献4】特開2021 - 167471号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、カーボンナノチューブ以外の従来の放射性遮蔽材料は強度もしくは柔軟性のいずれかにおいて劣るものであった。材料の強度が低い場合は、放射線防護服として用いた場合に、原子力発電所内の水素爆発や、宇宙空間に存在するスペースデブリの衝突といった身体に損傷を与えるような事象に耐えられなかった。また材料の柔軟性が低い場合には、加工性が低く衣服に適さなかった。

10

【0007】

本発明は、電気伝導度、強度及び柔軟性に優れた、放射線遮蔽材料としても使用しうる複合糸を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記課題を解決すべく検討し、カーボンナノチューブからなる撚り糸（カーボンナノチューブヤーン）に銅めっき処理を行った後、真空条件下かつ600以上750以下で加熱することで得られる複合糸を用いることにより、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成させた。

【0009】

すなわち、本発明は、以下の[1]～[6]に関する。

[1]カーボンナノチューブヤーンと、前記カーボンナノチューブヤーンの表面を被覆する銅めっき層と、を備える複合糸であって、

前記複合糸の引張強度が700MPa以上であり、引張伸びが1.5%以上であり、且つ電気伝導度が $10.0 \times 10^6 S/m$ 以上である、複合糸。

[2]銅以外の金属めっき層をさらに備える、[1]に記載の複合糸。

[3][1]又は[2]に記載の複合糸を含む複合シート。

[4]放射線防護服用である、[3]に記載の複合シート。

[5]下記工程(i)～(iii)を含む、複合糸の製造方法。

(i)カーボンナノチューブヤーンを提供する工程と、

(ii)前記カーボンナノチューブヤーンを銅めっき処理して、複合糸を製造する工程と、

(iii)前記複合糸を真空条件下かつ600以上750以下で加熱処理する工程。

[6]前記工程(iii)において、前記加熱処理後にさらに銅以外の金属めっき処理を行う、[5]に記載の複合糸の製造方法。

【発明の効果】

【0010】

本開示により、電気伝導度、強度及び柔軟性に優れた材料、特に放射線遮蔽材料として優れた材料を提供できる。

【0011】

特許文献4では、カーボンナノチューブからなる撚り糸と、撚り糸表面に被覆された金属メッキ層とからなる、放射線遮蔽に効果のある複合糸が提案されている。この複合糸は導電性を有し、強度に優れ、かつ軽量化に適しているが、十分な導電性ではなかった。それに対し、本発明によれば、真空条件下かつ600以上750以下で加熱することにより、より導電性に優れた複合糸を得ることができるため、例えばセンサー機能を具備した放射線防護服に適用できる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】銅めっきカーボンナノチューブヤーンの断面図を示すFE-SEM写真である。

【図2】屈曲させた銅めっきカーボンナノチューブヤーンを示すFE-SEM写真である

40

50

。

【図3】複合系の引張試験で得られた応力 - ひずみ曲線である。

【図4】加熱処理前の複合系（比較例2）の断面図を示す、電界放出型電子プローブマイクロアナライザによるCuマッピング像及びOマッピング像を示す写真図面である。

【図5】600 加熱処理後の複合系（実施例1）の断面図を示す、電界放出型電子プローブマイクロアナライザによるCuマッピング像及びOマッピング像を示す写真図面である。

【図6】700 加熱処理後の複合系（実施例2）の断面図を示す、電界放出型電子プローブマイクロアナライザによるCuマッピング像及びOマッピング像を示す写真図面である。

【図7】800 加熱処理後の複合系（比較例2）の断面図を示す、電界放出型電子プローブマイクロアナライザによるCuマッピング像及びOマッピング像を示す写真図面である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、具体的な実施形態を示し説明するが、各実施形態は本発明の一例として示されるものであり、必ずしも請求項に係る発明を特定するものではなく、また、実施形態の中で説明する特徴の全てが、本発明の課題を解決する手段に必須であるとは限らない。

【0014】

数値範囲を表す「XX以上YY以下」や「XX～YY」の記載は、特に断りのない限り、端点である下限及び上限を含む数値範囲を意味する。数値範囲が段階的に記載されている場合、各数値範囲の上限及び下限は任意に組み合わせることができる。

【0015】

[複合系]

本発明の一実施形態である複合系は、カーボンナノチューブからなる撚り系（カーボンナノチューブヤーン）と、前記カーボンナノチューブヤーンの表面を被覆する銅めっき層と、からなる複合系であって、前記複合系の引張強度が700MPa以上であり、引張伸びが1.5%以上であり、且つ電気伝導度が $1.1 \times 10^7 S/m$ 以上である。

後述する複合系の製造方法により、上記特徴を有する複合系を得ることができる。

【0016】

本形態の複合系は、カーボンナノチューブヤーン（以下、「CNTヤーン」とも言う）を銅めっき処理し、さらに真空条件下かつ600 以上750 以下で加熱することによって得ることができる。

【0017】

本形態の複合系は、引張強度の下限が700MPa以上であり、1000MPa以上であることが好ましく、2900MPa以上であることがより好ましい。引張強度の上限は特に限定されないが、通常3000MPa以下である。

複合系の引張強度が上記範囲内であることで、放射線遮蔽材料として十分な強度を発揮できる。なお引張強度は、後述する実施例に記載された方法で測定できる。

【0018】

本形態の複合系は、引張伸びが1.5%以上であり、2.5%以上であることが好ましく、9%以上であることがより好ましい。引張伸びの上限は特に限定されないが、通常15%以下である。

複合系の引張伸びが上記範囲内であることで、十分な柔軟性を発揮できる。なお引張伸びは、後述する実施例に記載された方法で測定できる。

【0019】

本形態の複合系は、電気伝導度の下限が $10.0 \times 10^6 S/m$ 以上であり、 $12.0 \times 10^6 S/m$ 以上であることが好ましく、 $14.0 \times 10^6 S/m$ 以上であることがより好ましい。電気伝導度の上限は特に限定されないが、通常 $30 \times 10^6 S/m$ 以下である。

10

20

30

40

50

複合系の電気伝導度が上記範囲内であることで、十分な導電性を発揮でき、例えばセンサー機能を具備した放射線防護服に適用できる。なお電気伝導度は、後述する実施例に記載された方法で測定できる。

**【 0 0 2 0 】****[ CNTヤーン ]**

本形態の複合系が備えるCNTヤーンは、CNTを紡績して得られる撚り糸であり、後述するCNTヤーンの製造方法により得ることができる。

**【 0 0 2 1 】**

CNTヤーンの直径は、特に限定されないが、10～100 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、20～50 $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。また、CNTヤーンは360°曲げて途中破断しないことが好ましい。360°曲げて途中破断しないことで、十分な柔軟性を発揮できる。

10

**【 0 0 2 2 】****[ 金属めっき層 ]**

本形態の複合系は、金属めっき層として銅めっき層を備える。銅めっき層は、CNTヤーンの表面を被覆する銅めっき層であり、後述する銅めっき処理によってCNTヤーンの表面に被覆させることができる。銅めっき層の厚みは、3～30 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、5～20 $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。

銅めっき層の厚みが上記範囲内であることで、十分な放射線遮蔽効果と軽量化を両立させることができる。

20

**【 0 0 2 3 】**

本形態の複合系は、銅以外の金属めっき層をさらに備えることが好ましく、前記銅以外の金属は、錫、鉛及びタングステンからなる群から選択される少なくとも1種であることがより好ましく、錫及び鉛から選択される少なくとも1種であることがさらに好ましい。銅以外の金属めっき層をさらに備えることで、放射線遮蔽効果をさらに向上させることができる。

**【 0 0 2 4 】**

銅以外の金属が錫である場合、錫めっき層の厚みは3～30 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、5～20 $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。銅以外の金属が鉛である場合、鉛めっき層の厚みは3～50 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、20～45 $\mu\text{m}$ であることがより好ましい。

30

各金属めっき層の厚みが上記範囲内であることで、放射線遮蔽効果をさらに向上させることができ、さらに軽量化とも両立させることができる。

**【 0 0 2 5 】****[ 複合系の製造方法 ]**

本発明の一実施形態は、複合系の製造方法であり、下記工程(i)～(iii)を含む。本発明の一実施形態である複合系は、前述の引張強度、引張伸び及び電気伝導度を充足するために、本形態の複合系の製造方法によって製造することが好ましい。

(i)カーボンナノチューブヤーンを提供する工程と、

(ii)前記カーボンナノチューブヤーンを銅めっき処理して、複合系を製造する工程と、

40

(iii)前記複合系を真空条件下かつ600 以上750 以下で加熱処理する工程。

**【 0 0 2 6 】**

(i)カーボンナノチューブヤーンを提供する工程

工程(i)は、CNTヤーンを提供する工程であり、市販のCNTヤーンを使用してもよく、CNTヤーンを製造してもよい。CNTヤーンを製造する場合は、例えば下記の方法で製造することができる。

**【 0 0 2 7 】**

反応触媒が表面に形成された基板に、水素ガス雰囲気下で炭素源ガスを供給し、所定の温度及び時間反応させる気相合成法によって、基板上に垂直配向した多数のCNTを形成する。その後、非酸化性雰囲気下で所定時間保持した後、冷却することによってCNTア

50

レイを製造する。次にCNTアレイから、垂直配向したCNTを引き出し、これを回転させることで撚りをかけ、CNTからなる撚り系（CNTヤーン）を形成する。

【0028】

CNTアレイを形成するCNTは、平均長さが50～2000μmであることが好ましく、60～1000μmであることがより好ましい。また、CNTは平均直径が2～10nmであることが好ましく、2.5～5nmであることがより好ましい。また、従来のCNTヤーンと比較してCNTのサイズ分布が小さいことが好ましい。サイズ分布が小さいCNTを用いることで、CNTヤーンの紡績による毛羽を抑制することができる。毛羽が少ないCNTヤーンを用いることで、後述の金属めっきの密着性を向上させることができる。

10

【0029】

(ii)前記カーボンナノチューブヤーンを銅めっき処理して、複合糸を製造する工程工程(ii)は、CNTヤーンを銅めっき処理する工程であり、下記工程(ii-1)及び(ii-2)を含む2段階の電気めっき法により銅めっき処理を行うことができる。

【0030】

(ii-1)めっき液浸漬処理工程

めっき液浸漬処理工程は、銅めっき液に、電圧を印加しない状態でCNTヤーンを浸漬する工程である。浸漬時間は0.1～360分間であることが好ましい。このめっき液浸漬処理により、CNTヤーンの内部にめっき液を浸透させることができ、後段の電解めっき処理においてCNTヤーンの内部に析出する銅の量を増加させることができる。銅めっき液は、市販の電解銅めっき液を用いることができ、例えば清川メッキ工業株式会社製の電解銅めっき液(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:18質量%、CuSO<sub>4</sub>・5H<sub>2</sub>O:10質量%、H<sub>2</sub>O:72質量%)を用いることができる。

20

【0031】

なおCNTヤーンの内部にめっき液をより浸透させるために、めっき液浸漬処理の前に、有機溶剤処理及び水処理を行うことが好ましい。有機溶剤処理では、有機溶剤にCNTヤーンを0.1～360分間浸漬させることができる。有機溶剤としては、水溶性の有機溶剤を用いることが好ましく、例えばアセトン、メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、アセトニトリル、ジエチレングリコール、THF、DMF、DMSO等が挙げられるが、特にアセトンやアルコール類が好ましい。

30

水処理では、水にCNTヤーンを0.1～360分間浸漬させることができる。

【0032】

(ii-2)電解めっき処理工程

電解めっき処理工程は、銅めっき液に浸漬したCNTヤーンに電圧を印加する工程であり、後述する第1の電解めっき処理工程と、第1のめっき処理の後に行う第2の電解めっき処理工程を含むことが好ましい。第1のめっき処理工程では、CNTヤーンの内部に銅を析出させ、第2のめっき処理では、CNTヤーンの表面に銅めっき層を被覆させる。

【0033】

第1の電解めっき処理工程における印加電圧は、0.3～3Vであることが好ましく、0.2～2Vであることがより好ましく、0.3～1Vであることがさらに好ましい。印加電圧が上記範囲内であることで、CNTヤーンの表面に銅めっき層が被覆されるよりも前に、CNTヤーン内部に銅を析出させることができる。

40

第1の電解めっき処理工程の処理時間は1～90分間であることが好ましく、2～60分間であることがより好ましい。また、処理温度(めっき液の温度)は10～40°Cであることが好ましい。さらに、電流値は0.2～2mAであることが好ましい。

【0034】

第2の電解めっき処理工程における印加電圧は、3～15Vであることが好ましく、3.5～12Vであることがより好ましく、4.0～10Vであることがさらに好ましい。印加電圧が上記範囲内であることで、CNTヤーン表面に被覆させる銅めっき層の厚みを適度にコントロールすることができる。

50

第2の電解めっき処理工程の処理時間は1～20分間であることが好ましく、処理温度（めっき液の温度）は10～40℃であることが好ましい。さらに、電流値は0.2～2 mAであることが好ましい。

【0035】

(iii)前記複合系を真空条件下かつ600℃以上750℃以下で加熱処理する工程。

工程(iii)で複合系を加熱処理することにより、銅の拡散作用によってCNTヤーンと銅の密着性を向上させることができ、さらにCNTヤーンの導電性を向上させることができる。

【0036】

加熱処理は真空条件下で行う。真空条件は、 $1.0 \times 10^{-4}$  Pa以下であることが好ましく、 $1.0 \times 10^{-5}$  Pa以下であることがより好ましく、 $1.0 \times 10^{-6}$  Pa以下であることがさらに好ましい。上記の真空条件下で加熱処理を行うことで、CNTヤーンの脆化現象を抑制することができる。

【0037】

加熱処理における処理温度は600℃以上750℃以下である。また、処理温度の上限は700℃以下であることが好ましい。処理温度が上記範囲内であることで、銅の過剰な酸化を抑制しつつ、CNTヤーンと銅の密着性を向上させることができ、さらにCNTヤーンの導電性を向上させることができる。

また、加熱時間は30分～3時間であることが好ましく、45分～2時間であることがより好ましい。なお、加熱時間とは、雰囲気温度が上記の処理温度に達してからの加熱時間を指す。

【0038】

なお、上記工程(iii)の加熱処理後に、さらに銅以外の金属めっき処理を行うことが好ましい。また、銅以外の金属めっき処理は錫めっき処理、鉛めっき処理及びタンゲステンめっき処理からなる群から選択される少なくとも1種であることがより好ましく、錫めっき処理及び鉛めっき処理から選択される少なくとも1種であることがさらに好ましい。本発明の一実施形態である複合系が、銅以外の金属めっき層をさらに備えることで、放射線遮蔽効果をさらに向上させることができる。

銅以外の金属めっき処理は、銅以外の金属めっき液を用いて、前述の工程(iii-1)及び(iii-2)により行うことができる。

【0039】

[複合シート]

本発明の一実施形態である複合シートは、本発明の一形態である複合系を編み込むことで得ることができる。複合系の織り方は特に限定されないが、例えば平織りや綾織りとすることができる。

本形態の複合シートは、本発明の一実施形態である複合シートの性能に起因して、強度及び柔軟性に優れた放射線遮蔽材料であるため、原子力発電所の作業服や宇宙服など、放射線防護服用などに利用できる。また、本形態の複合シートは導電性が高く、例えばセンサー機能を具備した放射線防護服に適用することができる。

【実施例】

【0040】

以下、実施例及び比較例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0041】

[実施例1]

(i)CNTヤーンの製造

反応触媒が表面に形成された基板に、水素ガス雰囲気下で炭素源ガスを供給し、基板に垂直配向した多数のCNTを形成し、CNTアレイを製造した。次にCNTアレイからCNTを引き出し、これを回転させることで撚りをかけ、CNTからなる撚り糸(CNT

10

20

30

40

50

ヤーン)を形成した。CNTヤーン径は35 μmであった。

#### 【0042】

##### (ii) CNTヤーンの銅めっき処理

得られたCNTヤーンを、アセトン中に10分間浸漬させた後、さらに純水中に10分間浸漬させてから、電解銅めっき液(清川メッキ工業株式会社製、 $H_2SO_4$ :18質量%、 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ :10質量%、 $H_2O$ :72質量%)中に電圧を印加しない状態で10分間浸漬した。

上記のめっき液浸漬処理後、CNTヤーンを陰極とし、アセトン及び純水で洗浄した銅板を陽極として、電解銅めっき液中で直流安定化電源を用いて電圧を印加することで電解めっき処理を行い、複合系を得た。電解めっき処理は、印加電圧0.5Vで45分間処理した後、印加電圧4.5Vで5分間処理した。図1に示される通り、CNTヤーンに対して、隙間なく均一の銅めっき層が形成された。銅めっき層の厚みは9 μmであった。また、図2に示される通り、銅めっきされたCNTヤーンは360°屈曲させても途中破断せず、柔軟性に優れていた。

#### 【0043】

##### (iii) 複合系の加熱処理

得られた複合系を、 $1.0 \times 10^{-6}$  Pa以下の真空環境下で、600 で1時間加熱した。

#### 【0044】

##### [実施例2、比較例1-2]

(iii) 複合系の加熱処理における処理温度を、表1に示す通りに変更するか、もしくは加熱処理を行わなかった以外は、実施例1と同様にして複合系を得た。

#### 【0045】

##### [評価]

##### [引張強度及び引張伸び]

引張試験は、いずれも複合系の両端を挟み込んだ上で、標点間距離20mm、0.2mm/minの引張速度で実施をした。その際に得られる荷重を複合系の断面積で除することにより、最大荷重点を引張強度[MPa]として導出した。また引張伸びは、破断までに得られる変位mmを標点間距離20mmで除することにより、ひずみとして、これに100を掛けることにより、引張伸びとした。図3に、引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を示す。

#### 【0046】

##### [電気伝導度]

電気伝導度は、送電線で適用されるダブルブリッジでの測定を行った。この手法は、途中のリード線による抵抗である未知抵抗を考慮するため、未知抵抗の接続は、四端子構造としている点が特徴である。これにより、リード線の抵抗と端子での接触抵抗による誤差を極力低減している。導出された抵抗値をオームの法則により、電気伝導度に変換することで、各複合系の電気伝導度を測定した。

#### 【0047】

##### 【表1】

表1

	処理温度 [°C]	引張強度 [MPa]	引張伸び [%]	電気伝導度 [ $\times 10^6$ S/m]
実施例1	600	715	1.62	14.6
実施例2	700	804	2.73	28.2
比較例1	加熱処理無し	594	1.51	9.1
比較例2	800	654	3.30	—

#### 【0048】

表1に示される通り、600~750 で加熱処理した実施例1~4は、引張強度、引

10

20

30

40

50



張伸び及び電気伝導度のいずれもが良好であった。

【 0 0 4 9 】

[ 実施例 3 ]

( i i ) C N T ヤーンの銅めっき処理後に、さらに錫めっき処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして複合系を得た。錫めっき処理は、錫めっき液を用いた以外は、( i i ) C N T ヤーンの銅めっき処理と同様にして行った。錫めっき層の厚みは 9 μ m であった。

【 0 0 5 0 】

[ 実施例 4 ]

( i i ) C N T ヤーンの銅めっき処理後に、さらに鉛めっき処理を行った以外は、実施例 1 と同様にして複合系を得た。鉛めっき処理は、鉛めっき液を用いた以外は、( i i ) C N T ヤーンの銅めっき処理と同様にして行った。鉛めっき層の厚みは 4 0 μ m であった。

10

【 0 0 5 1 】

[ 放射線遮蔽能 ]

実施例 3 及び 4 で得られた複合系から、厚み 5 ~ 2 7 m m 、長さ 1 1 0 m m × 幅 1 0 0 m m の平織りシートを作製し、複合シートとした。このシートを用いて、<sup>60</sup> C o 線源を用いた放射線遮蔽能評価試験を実施した。<sup>60</sup> C o 線源の形状は 1 0 m m 幅 × 2 3 m m 長さ × 1 . 5 m m 厚である。また、放射線測定精度を極力高める理由から、4 3 2 0 0 秒という長時間の放射線測定を実施した。次に複合シートで<sup>60</sup> C o 線を包み込んだ場合の放射線測定を実施した。放射線測定では 1 1 7 3 k e V と 1 3 3 3 k e V の線ピークカウント数を測定した。複合シートで<sup>60</sup> C o 線を包み込んだ場合の線ピークカウント数を、<sup>60</sup> C o 線担体の線ピークカウント数で割り、かつピーク値周辺のバックグラウンドを考慮した上で、線遮蔽率を算出した。表 2 に放射線遮蔽能評価の結果を示す。

20

【 0 0 5 2 】

【 表 2 】

表2

	処理温度 [°C]	銅以外の 金属めっき処理	複合シート 厚み[mm]	γ線遮蔽率 1173keV [%]	γ線遮蔽率 1333keV [%]	1173keV 質量減弱係数 μ <sub>m</sub> [cm <sup>2</sup> /g]	1333keV 質量減弱係数 μ <sub>m</sub> [cm <sup>2</sup> /g]
実施例3	600	錫	5	7.5	7.2	6.1×10 <sup>-2</sup>	5.4×10 <sup>-2</sup>
			25	21.0	20.0		
実施例4	600	鉛	7	16.7	15.6	6.8×10 <sup>-2</sup>	5.8×10 <sup>-2</sup>
			27	41.0	37.0		

【 0 0 5 3 】

表 2 に示される通り、実施例 3 及び 4 の複合系から作製された複合シートは、高い線遮蔽率を示した。また、上記の線遮蔽率は、下記式 ( 1 ) で算出される遮蔽率の理論値とほぼ同じ値を示した。すなわち、複合シートを折り曲げても放射線遮蔽能が低下せずに、理論通りの遮蔽率を示したことから、複合シートは優れた放射線遮蔽能を有する放射線防護服に応用できると考えられる。

【 0 0 5 4 】

$$\text{遮蔽率 (理論値) (\%)} = ( 1 - \exp ( - X \cdot \rho \cdot \mu_m ) ) \times 1 0 0 \quad ( 1 )$$

なお、X はシート厚み [ c m ] 、ρ は金属の密度 [ g / c m <sup>3</sup> ] 、μ<sub>m</sub> は質量減弱係数 ( c m <sup>2</sup> / g ) であり、μ<sub>m</sub> の値は表 2 に記載の値を代入した。なお、μ<sub>m</sub> の値は N I S T ( National Institute of Standards and Technology ) の下記ホームページより引用した。

" X Ray Mass Attenuation Coefficients " 、 [online]、[令和4年3月25日検索]、インターネット < URL : <https://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/tab3.html> >

【 0 0 5 5 】

図 4 ~ 図 7 に、実施例 1 - 2 及び比較例 1 - 2 で得られた複合系断面図の、C u 及び O のマッピング像を示す。マッピング像は電界放出型電子プローブマイクロアナライザ ( F

40

50

E - EPMA ) を用いて撮影した。

【 0 0 5 6 】

図 4 の加熱処理前の複合系断面図と比較して、図 5 に示される通り、600 加熱処理によって Cu が隙間なく CNT ヤーンに密着し、さらに一部の濃化部が見られた。このことから、CNT ヤーン表面に Cu 酸化物が一部形成されることで、CNT ヤーンと Cu の界面が加熱前よりもさらに強固に結合したと推察される。

【 0 0 5 7 】

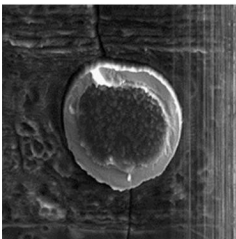
図 6 に示される通り、700 加熱処理によって Cu が隙間なく CNT ヤーンに密着し、さらに図 5 と比較して O 濃化部が増加し、さらに銅めっき厚が増加していた。このことから、CNT 内部全体にわたって Cu の析出が促進していることが分かる。

10

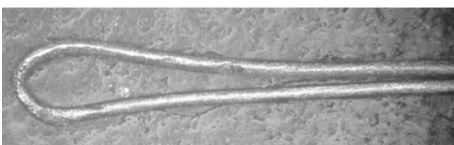
【 0 0 5 8 】

一方で図 7 に示される通り、800 加熱処理では Cu のめっき厚がさらに増加し、かつ Cu のめっき層に多数の亀裂が認められた。このことから、800 以上の加熱では銅の酸化が過剰に進み、CNT ヤーンと銅の界面の密着性が低下すると推察される。

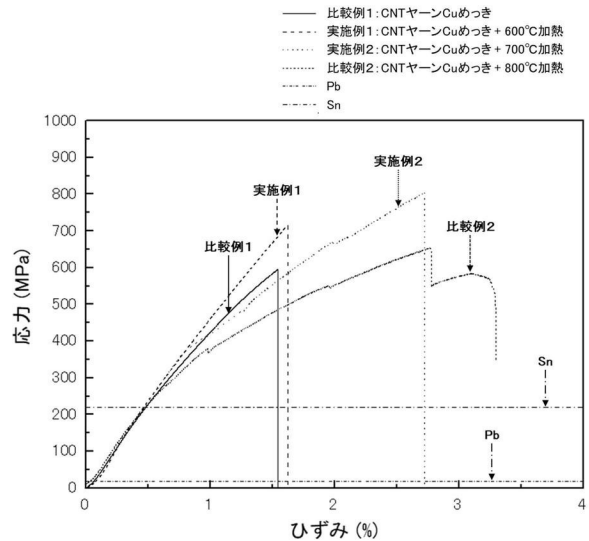
【 図 1 】



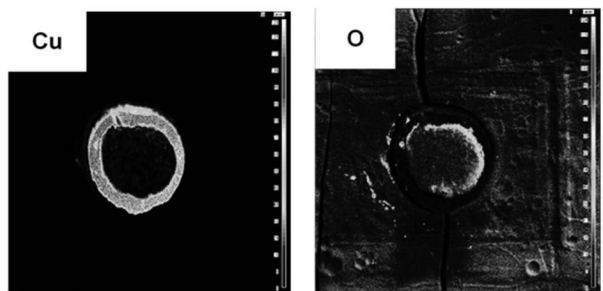
【 図 2 】



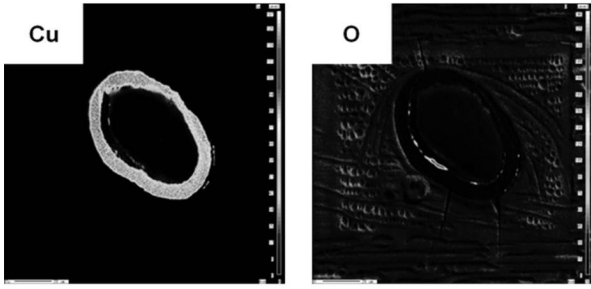
【 図 3 】



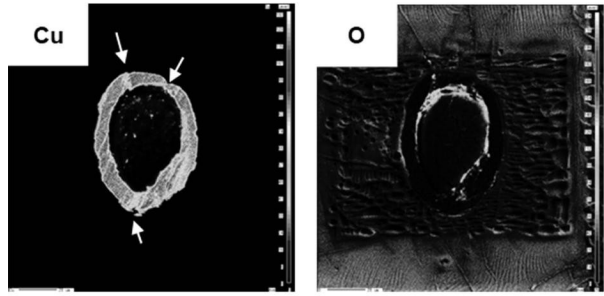
【 図 4 】



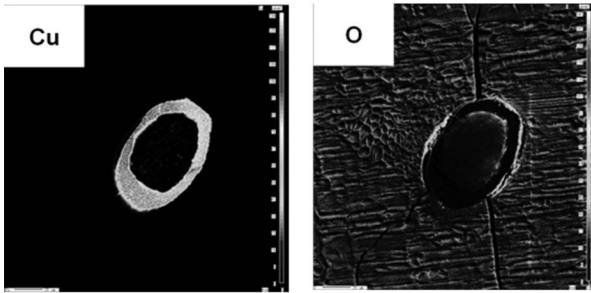
【 図 5 】



【 図 7 】



【 図 6 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 藤田 善貴  
茨城県東茨城郡大洗町成田町4002番地 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構大洗研究所  
内
- (72)発明者 武内 伴照  
茨城県東茨城郡大洗町成田町4002番地 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構大洗研究所  
内
- (72)発明者 井手 広史  
茨城県東茨城郡大洗町成田町4002番地 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構大洗研究所  
内
- (72)発明者 岩本 正春  
東京都中央区銀座7丁目13番6号サガミビル2階 Siddar mark 合同会社内
- (72)発明者 鶴岡 秀志  
東京都中央区銀座7丁目13番6号サガミビル2階 Siddar mark 合同会社内
- (72)発明者 弘中 元直  
東京都中央区銀座7丁目13番6号サガミビル2階 Siddar mark 合同会社内
- Fターム(参考) 4L031 AA07 AB01 AB21 BA04 DA15