

E201

ステンレス表面におけるカーボンナノチューブ合成
および触媒担体としての利用

(京大院工) (学)堀 善雄・(正)佐野 紀彰・(正)田門 肇

1.緒言

カーボンナノチューブ(CNT)は機械的強度, 化学的安定性, 電気伝導性などに優れ, エレクトロニクス, エネルギーなど様々な分野での応用が期待されている。通常, 基板に CNT 成長触媒を担持させてから CVD 法(化学気相成長)によって CNT 膜を合成する。しかしステンレスは材料として低コストであり, その上 CNT 成長触媒を含んでいるため, ステンレス表面での CNT 合成は製造工程の簡略化につながり, 極めて実用的である。

本研究では CNT が触媒担体として利用可能であることに着目し, ステンレス表面において CNT 合成, および金属触媒の担持を試みた。

2.実験

2.1 CVD 法を用いたステンレス表面における CNT 合成

エチレンと水素の混合ガスを原料として CVD 法により CNT を合成した。まず 400~800 の空气中で 30 分間加熱したステンレス網(SUS316, mesh150)を, 石英管を用いた管状電気炉の中に置き, 500 水素中で 30 分間還元を行った。その後, 管内の温度を 700 まで加熱し, CNT の炭素源であるエチレンと水素をそれぞれ 200 ml/min で 15 分間流すことによりステンレス表面に CNT を合成した。

2.2 電着による CNT 表面への金属触媒担持

得られた CNT に金属触媒を担持させるため, 電着操作を行った。CNT は疎水性であるため, まず CNT を 30%濃硝酸によって酸化処理を行い, 濡れ性を向上させた。そして 0.1 M 硝酸コバルト水溶液中に, CNT が生成したステンレス網を陰極, 炭素棒を陽極として浸し, 電流を流した。コバルトを CNT の 10 w% 担持させるため, 電流を 5 mA となるよう制御し必要な時間流した。

3.結果と考察

3.1 CNT 合成

実験の結果, CNT の成長はステンレス網を空气中で加熱処理する時の温度によって大きく異なった。Fig.1 に処理温度による CNT 成長の変化を SEM 写真により示す。Fig.1(c)(d)より, ステンレスを高温で加熱処理すると CNT の成長が著しく向上することがわかる。特に(d)のステンレス網を 800 で加熱処理した場合は顕著であった。これは加熱処理をした時に生成した酸化膜が影響していると考えられる。CNT が生成するためには成長触媒がナノ粒子の状態で安定している必要があるが, (b)は成長触媒がバルクの合金の状態で存在しているために触媒として機能しなかったものと考えられる。(c)や(d)の場合, 生成した酸化膜が一部水素によって還元されたことで酸化膜から触媒ナノ粒子が析出し, CNT 成長触媒としての機能を果たしたものと考えられる。

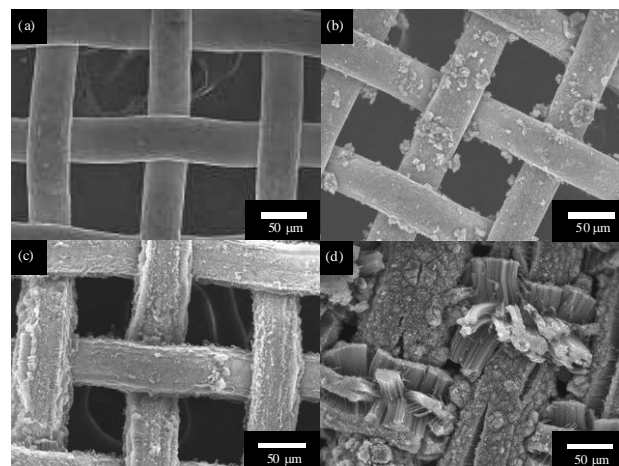


Fig.1 SUS316 網表面における CNT 成長の比較:

- (a)CNT 成長前
- (b)加熱処理無しの場合
- (c)網を 400 で加熱処理した場合
- (d)網を 800 で加熱処理した場合

3.2 金属触媒担持

電着操作後, TEM による観察を行った。観察結果を Fig.2 に示す。

Fig.2 より CNT 表面にコバルト粒子が付着していることが分かる。CNT を 30%濃硝酸によって酸化処理を行ったため, 粒径 3~10 nm のコバルト粒子が CNT 全体に均一に付着した。

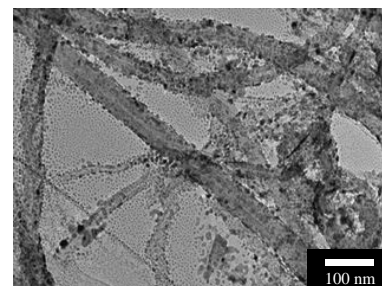


Fig.2 電着によって作成したコバルト担持 CNT の TEM 像

4.結言

ステンレス表面に CNT 合成を試みた。ステンレスを高温で加熱処理することによって CNT の成長を著しく向上させたことで, 高純度かつ厚み約 70 μm の CNT を得ることができた。合成に必要な反応ガスはエチレンと水素のみであり, ステンレス上の CNT 成長における従来の方法^{1,2)}と比較して安全なガス組成でステンレス表面への CNT 合成を可能とした。

また, ステンレス網に直接合成した CNT に, 電着によりコバルトナノ粒子を担持させることができた。

文献

- 1) L. Randall et al, *Carbon.*, **41**, 659 (2003)
- 2) Q. Zhou et al., *J. Alloys. Compounds.*, **463**, 317 (2008)

*tel: 075-383-2694, fax: 075-383-2654
e-mail: hori@cheme.kyoto-u.ac.jp