

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。しかしそれ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の空気中で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10w%担持させるため、電流を5mA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気中で加熱処理する時の温度によって大きく異なる。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では顕著であった。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。

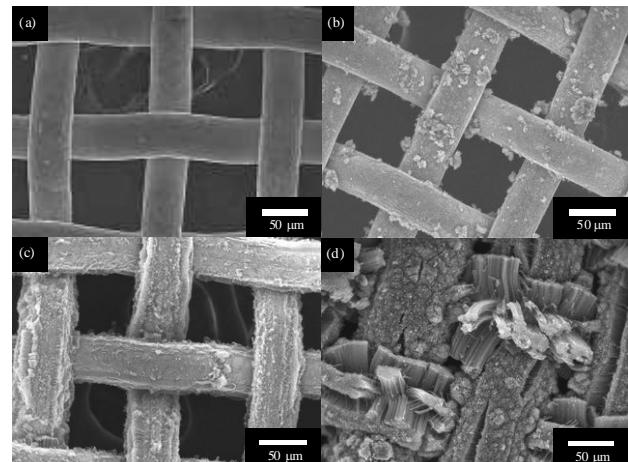


Fig.1 SUS316網表面におけるCNT成長の比較：

- (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。

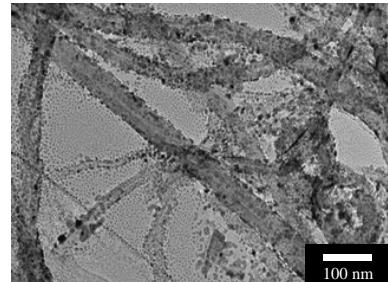


Fig.2 電着によって作成したコバルト担持CNTのTEM像

## 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<sup>1,2)</sup>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