

酸化鉄微粉末を使用したカーボンナノコイルの高純度合成のための 触媒構造と合成条件の検討

Investigation of catalytic layer formation and synthesis condition

for high-yield synthesis of carbon nanocoil by using Fe_2O_3 fine powder

豊橋技科大¹, 東海カーボン², 湘南合成樹脂製作所³, 東邦ガス⁴

○清水 慶明¹, 飯田 哲生¹, 丸山 皓司¹, 須田 善行¹, 滝川 浩史¹, 植 仁志², 清水 一樹³, 梅田 良人⁴

Toyohashi Univ. of Technol.¹, Tokai Carbon Co., Ltd.², Shonan Plastic Mfg. Co., Ltd.³, Toho Gas Co., Ltd.⁴

○Yoshiaki Shimizu¹, Tetsuo Iida¹, Koji Maruyama¹, Yoshiyuki Suda¹, Hirofumi Takikawa¹,

Hitoshi Ue², Kazuki Shimizu³, Yoshito Umeda⁴

E-mail: iida.tetsuo@pes.ee.tut.ac.jp

<http://arc.ee.tut.ac.jp/enedev/>

1. はじめに

カーボンナノコイル (CNC) はコイル状の炭素繊維であり、ファイバ径は 100–200 nm である。CNC を電磁波吸収材や燃料電池電極材料へ応用するために、CNC の収率を高める必要がある。CNC は主に Fe–Sn 触媒を用いて合成される。本研究では、これまで粒径 1 もしくは 3–5 μm の Fe 粉末と SnO_2 溶液を用いてドロップコート法により形成した触媒膜を触媒 CVD (Chemical Vapor Deposition) 法により合成することで、合成物表面に純度がほぼ 100% に近い CNC を合成することができた⁽¹⁾⁽²⁾。しかし、合成物の中間にあたる部分には CNC がほとんど存在しない炭素の層 (不定形層) が出来てしまい、合成物全体として CNC の収率が最大で 55% と低いという問題があった⁽²⁾。そこで本研究では、合成物全体としての CNC の収率を高めることを目的として、新しい CNC 合成法を検討した。粒径 20 nm の Fe_2O_3 を Fe 触媒として使用し、スピコート法により基板上に成膜することで触媒膜を薄くし、合成物の不定形層を薄くすることを狙った。

2. 実験装置および条件

基板には Si 基板を、触媒として粒径 20 nm の鉄微粉末 (株式会社ニラコ, 224050) を Fe モル濃度 0.1 M とするようエタノール中に分散させた Fe_2O_3 溶液と Sn モル濃度 0.13 M の SnO_2 ディップコート溶液 (株式会社高純度化学研究所, 235061, S) の 2 種類を用いた。スピコート速度は 1000–2500 rpm とした。本研究では Fe_2O_3 と SnO_2 の触媒をそれぞれ別の層に分けて成膜した。一層成膜するごとに 80°C で 5 min 乾燥させ、成膜時に触媒同士が混ざり合わないようにした。触媒構造は、①Fe/Sn ②Sn/Fe ③Sn/Fe/Sn の 3 種類とした。連続 CVD 装置に本触媒を設置し、 N_2 ガス (流量: 1400 ml/min) を供給しながら基板を 5min 780 °C でアニール

した。その後 C_2H_2 (流量: 250 ml/min) を 10min 供給することで CNC を合成した。合成物の観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) を使用した。

3. 実験結果

基板上にはシート状に成長した合成物が確認できた。図 1 のように Fe/Sn 構造においてスピコート速度が 1000 rpm のとき、合成物表面の CNC はほぼ 100% の純度であった。また、合成物全体の CNC 収率は 71% であった。触媒構造を Sn/Fe/Sn として合成を行った合成物の SEM 像を図 2 に示す。Fe/Sn 構造よりも不定形層厚さを薄くすることができ、合成物全体として CNC の収率を 83% に改善することができた。

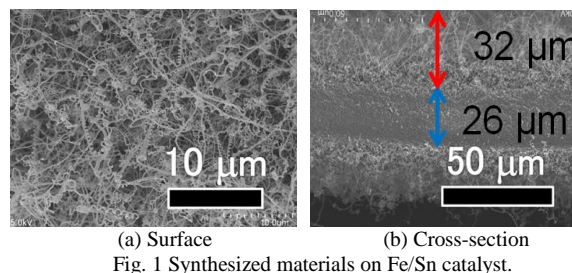


Fig. 1 Synthesized materials on Fe/Sn catalyst.

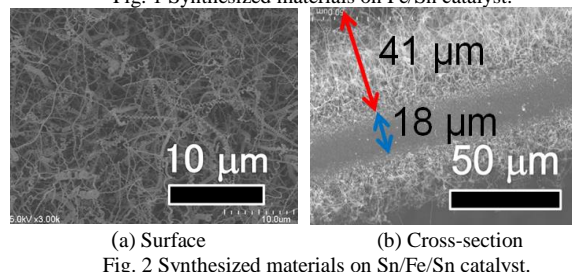


Fig. 2 Synthesized materials on Sn/Fe/Sn catalyst.

謝辞 本研究の一部は、豊橋技術科学大学 EIIRIS プロジェクト, JSPS 科研費 24360108, 25630110 を受けて行なわれた。

文献

- (1) G. Xu, et al: Jpn. J. Appl. Phys., 44 (4A), 1569-1576 (2005)
- (2) M. Yokota, et al: J. Nanosci. Nanotechnol., 10 (6), 3910-3914 (2010)