

紡績可能な細径 CNT 合成に向けた初期成長時の触媒粒子径制御

Control of the catalyst particle size at the early stages of drawable with a narrow diameter of CNTs

°井上寛隆¹, 中川智広¹, 羽田真毅^{1,2}, 西川亘¹, 山下善文¹, 林靖彦¹ (岡大院自然¹, 筑波大²)

°Hiroataka Inoue¹, Tomohiro Nakagawa¹, Masaki Hada^{1,2}, Takeshi Nishikawa¹,

Yoshifumi Yamashita¹, Yasuhiko Hayashi¹ (Okayama Univ.¹, Tsukuba Univ.²)

E-mail: hayashi.yasuhiko@okayama-u.ac.jp

カーボンナノチューブ(CNT)を基板から直接引き出し配向性良く繊維化可能な乾式紡績法は、他の CNT バルクスケール化手法と比較し高い機械的、電気的、熱的物性を持つ線材、CNT 紡績糸を作製することができる。その CNT 紡績糸の物性向上のため、紡績糸を構成する単一 CNT の構造制御の重要性が指摘されている[1]。より細く、より長い CNT で紡績糸を作製することで、紡績糸中の CNT 本数密度の向上、並びに CNT 間に働く分子間力の向上により、紡績糸の物性が向上する。本研究では、紡績性を有するチューブ径の細い CNT の化学気相合成のため、チューブ径に大きな影響を与える触媒粒子のサイズに着目し、これを制御し得る条件の解明を目指した。

触媒の還元、粒子化を低温(~500°C)で 5 分間行ない、アセチレンガスをキャリアガスとともに流しながら昇温し合成温度(560°C)で 20 分間 CNT を合成した。図 1 に低温粒子化プロセスにおける温度を 350°C から 500°C まで変化させた際の CNT 外径を透過型電子顕微鏡で観察した結果を示す。CNT 外径は 450°C までは細径化し、500°C で太径に転じている。400°C 以下では触媒が十分に粒子化、拡散しておらず、500°C では粒子の拡散が激しくなり粒子凝集が進み、サイズの大きな粒子から CNT が成長したことで CNT が太径になったと考えられる。次にアニール温度を 400°C に固定し、昇温速度を変化させた際の CNT アレイ密度を図 2 に示す。紡績可能となる CNT アレイの条件として高密度に CNT が垂直配向していることであるが、昇温速度によって CNT アレイ密度が大きく変化することがわかる。昇温速度が遅すぎると CNT が成長を開始する温度(480°C~)までに触媒粒子の凝集が進み、逆に昇温速度が速すぎる場合、拡散が不十分な状態で CNT が成長してしまうためにアレイ密度が減少したものと考えられる。本研究から、アニール温度と昇温速度を制御し、適切な粒子拡散状態で合成開始温度に到達させることが、紡績可能な細径 CNT を合成する上で重要であることを明らかにした。

[1] D. E. Tsentelovich *et al.*, *Appl. Mater. Interfaces* **9** (2017).

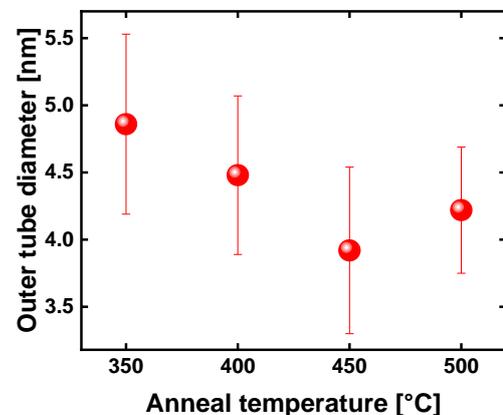


図 1 アニール温度とチューブ径との関係

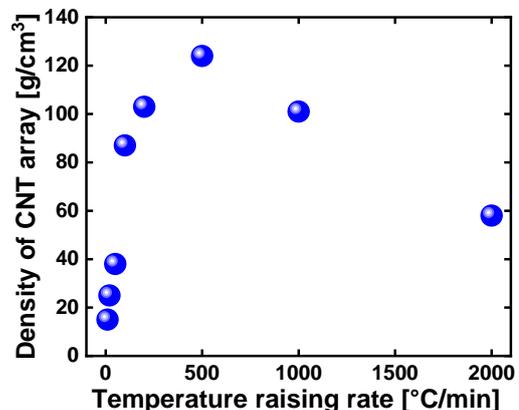


図 2 昇温速度と CNT アレイ密度との関係