

コロイド酸化鉄ナノ粒子の多重塗布による CNT フォレスト密度制御

Control of CNT mass density by multi-coating of colloidal iron oxide nanoparticles

静大院工¹, 静大工² ○(M1)田畑 良篤¹, (B4)河野 由雅², 中野 貴之¹, 井上 翼¹,
Shizuoka Univ.Eng.¹, Shizuoka Univ.², °Kento Tabata¹, Yuga Kono², Takayuki Nakano¹, Yoku Inoue¹
E-mail: tabata@cnt.eng.shizuoka.ac.jp

【緒言】CNT フォレストの高密度化に関する研究が、界面熱電導材や大容量キャパシタへの応用という観点で実施されてきている。一般的に用いられている Fe 薄膜を触媒とする CNT フォレスト合成では、フォレスト密度と CNT 直径を触媒膜厚のみで制御するため、それらの構造パラメータは連動して変動する。一方で、コロイドナノ粒子を触媒とすると、触媒ナノ粒子径により CNT 直径を制御し、触媒担持量により CNT 密度が変化するため、CNT 直径と CNT 密度を個別に制御できると考えられる。本研究では、コロイド触媒ナノ粒子の担持密度を制御することで、CNT フォレスト密度を緻密に制御した。

【実験】金属前駆体として鉄アセチルアセチナートを用いて、ポリオール法によりコロイド酸化鉄ナノ粒子を合成した。合成した酸化鉄ナノ粒子の平均粒径は 3.1 nm であった。熱酸化のより Si 基板上に SiO₂層を成膜し、スパッタリングにより SiO₂層に Al₂O₃薄膜を成膜した。その上に、スピコーティングにより酸化鉄ナノ粒子を塗布した。酸化鉄ナノ粒子を担持させた基板を大気中で熱処理して固定化した。スピコーティングの回数で、基板の触媒担持量を変化させた。分散溶液のナノ粒子濃度を 0.05 mg/ml から 5.0 mg/ml にした。CNT 合成は、炭素源としてアセチレン、酸化鉄ナノ粒子の還元剤として水素、キャリアガスとしてアルゴンを用いて熱 CVD 法により行った。合成温度、圧力をそれぞれ 650°C、50 Torr とした。

【結果】図 1 に触媒ナノ粒子を 1 回および 4 回塗布した時の原子間力顕微鏡(AFM)像を示す。これより、塗布回数が多いほど、基板上的触媒ナノ粒子の担持量が増加していることが分かる。図 2 に触媒ナノ粒子の塗布回数を変化させて合成した CNT フォレストの重量密度と長さの関係を示す。フォレスト長は合成時間により制御した。これまでの先行研究より、フォレストの密度と長さの関係において、右下がりの関係が見いだされる[1-3]。これは、CNT 長が長くなるとともに触媒失活が進展することを意味している。そのため、CNT フォレストの密度の議論においては、本数密度や嵩密度のみでなく、CNT 長についても同時に議論する必要がある。なお触媒失活により CNT フォレストのトップからボトムにかけて CNT 密度は疎になるため、求められる嵩密度は CNT フォレスト全体の平均密度となる。本研究では、塗布回数が 1 回～6 回と増加するにつれて CNT フォレスト嵩密度が単調に増加した。これは、多重塗布による触媒ナノ粒子量が増加したためであると考えられる。また、CNT 長が増加するとともに右下がりの密度減少が見られた。各ナノ粒子密度において、合成時間とともに触媒ナノ粒子の拡散や凝集が生じて、触媒が失活していることを示唆している。

参考文献

- [1] H. Inoue, Y. Hayashi, Carbon 158, 662-671 (2020), [2] Nicholas T, Dee, A. John Hart, Carbon 153, 196-205 (2019)
[3] A. Kawabata, N. Yokoyama, Appl. Phys. 54, 045101(2015)

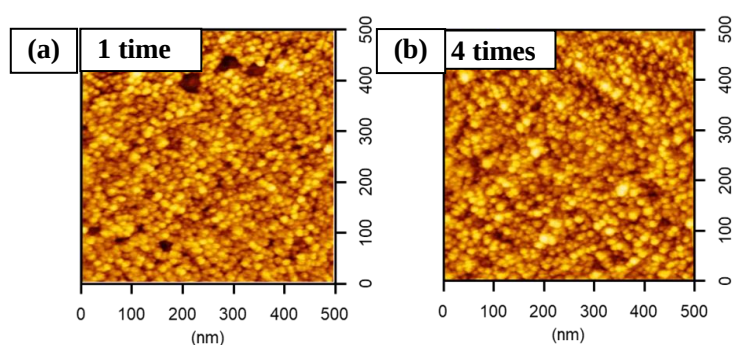


Fig.1 AFM image of iron oxide nanoparticles. (a) is 1 time coating, (b) is 4 times coating

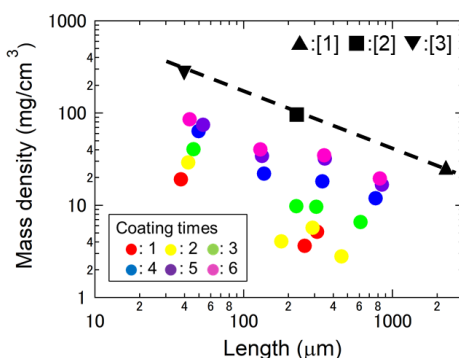


Fig.2 the relationship between mass density and length at each coating.