

研 究 主 論 文 抄 録

論文題目 単層カーボンナノチューブにおける合成・材料化プロセスの開発

(Development of techniques for synthesizing and processing single-walled carbon nanotube)

熊本大学大学院自然科学研究科 産業創造工学専攻 マテリアル工学講座
(主任指導 横井裕之准教授)

論文提出者 百田 寛
(by Hiroshi Momota)

主論文要旨

《本文》

他の物質には無い優れた特性を有するカーボンナノチューブではあるが、実用化と普及に向けて大きな課題が 2 つ残されている。まず 1 つに、カーボンナノチューブ自体のコストの問題である。特に、単層カーボンナノチューブ (以下 SWCNT と略す) はグラム当たり数万円以上であり、あまりに高価である。高品位な SWCNT の合成方法はすでに開発されているが、コスト面においてまだ改良の余地は大いに残されている。もう 1 つはカーボンナノチューブの構造や形態を自在に制御することができないという点である。現在、合成段階で直径や長さ、カイラリティを制御できないということに加えて、合成後も自由に加工し、制御できないといった問題がある。カーボンナノチューブの構造・形態制御において、異方性が非常に大きい物質であるため、その方向を一方向に配向させる技術開発は実用材料化に、必要不可欠である。そこで本研究では、低コスト化が期待される簡便で高品位な合成プロセスを開発すること、また合わせて SWCNT の配向化プロセスの開発を行うことで、SWCNT の材料化プロセスを開発することを目的とする。

1 章では、研究背景及び研究目的を述べ、さらに既存の SWCNT 合成法等を述べた。

2 章では、本研究における SWCNT 合成方法とその分析方法、さらに SWCNT 磁場配向膜の作製法とその評価法等について述べた。

3 章では、既存のどの合成方法より簡便な SWCNT 合成法の開発について報告した。

まず、基板への触媒堆積法はスパッタ法ではなく、より簡便な方法として触媒担持ゼオライトを固定したセラミックヒーター基板を用いてアルコール液相法を踏襲し、合成実験を行なったところ、SWCNT の確認はできなかった。セラミックヒーターの温度ムラ等の問題があり、均一な加熱が困難であったこと等が原因であると思われた。よって、より適

したヒーター基板の検討を次に行なった。

抵抗率、機械的強度及び厚さの異なる金属基板を基板兼ヒーターとして検討した。触媒金属をディップ・コートした金属基板を用いて合成実験を行ったところ、鉄クロム基板において多くの MWCNT が確認できたこと等から、鉄クロム基板が、合成に適した基板であることが示唆された。さらに触媒担持ゼオライトを堆積させた鉄クロム基板を用いて実験したところ、5 nm 程度の MWCNT の合成が確認できた。しかし、鉄クロム基板自体の触媒作用が無視できないことがわかったため、基板をシリコン基板に移行した。

シリコン基板を用いた間接基板加熱方式により均一な加熱が可能となったが、アルコール液中で触媒がかなりの程度、剥離していることがわかったため、触媒堆積法を滴下法に変更し、合成実験を行った。しかし、触媒の剥がれる問題自体は未解決であったため、次にその問題の解決を図った。

基板周囲に反応空間を設置した基板加熱前、加熱中に基板がエタノール液中に浸らずに合成が可能なサブマリン式基板加熱法を考案した。その結果、HR-TEM 観察及びラマン散乱測定結果から SWCNT の合成を確認することに成功した。

合成終了時、基板がエタノール液中に浸かってしまう問題は依然として残っていたため、合成終了時まで完全に基板が液中に浸らないように合成法の改良を行った。その結果、合成の全過程で基板が液中に浸らないため、スパッタ法以外の優れた触媒堆積法、さらには有機液体に溶出するような触媒も使用可能となった。このようにアルコール液相法の簡便さと化学気相成長法の高い触媒選択自由度を兼ね備えた SWCNT 合成法の確立に成功した。

4 章では、SWCNT の磁気異方性を利用した磁場配向高分散高配向 SWCNT ゼラチン複合膜の作製を試みた。

ハイブリッドマグネットに適用可能なセルを考案することにより、高分散 SWCNT ゼラチン試料に対してゾルゲル過程のみに 28 T の強磁場を印加して、配向度を高めた高分散 SWCNT(HiPco)配向ゼッカン膜の作製に成功した。作製した膜の SWCNT の配向度を、偏光吸収測定及び偏光ラマン散乱測定により行った。その結果、作製した膜の光学異方性は磁場の増加とともに増大し、28 T で作製した膜は 0.13 であった。また同様に CoMoCAT 試料を用いて 26 T の強磁場を印加して、SWCNT 磁場配向膜の作製を行った。その光学異方性は 0.085 であった。これらの結果は、延伸配向法では 0.19(3 倍延伸)と比べると低い値であるが、Zaric らによる分散液を用いた研究における SWCNT の磁場配向の結果等を考慮するとさらに長い SWCNT の利用等によって磁場配向度を高めることは可能と思われる。本研究で開発した表面が均一な高分散 SWCNT ゼッカン膜は、今後さらに磁場配向度を高めることにより光物性計測分野への活用が大いに期待できる。

5 章では、本研究で得られた結果の総括を示した。