



Fe-Ni系触媒を用いた シングルヘリックス状CMCの気相合成



(岐阜大学大学院) ○尾関出光 楊少明 陳秀琴 元島栖二

e-mail: motojima@apchem.gifu-u.ac.jp

Abstract

通常のカーボンマイクロコイル(CMCs)は、2重らせん構造を持ち、触媒にNiを用いCVD法により合成することができる。1重らせん構造を持つシングルヘリックス状カーボンマイクロコイル(SCMCs)は、FeとNi触媒を用いてアセチレンをCVD法で熱分解することにより合成できる。以前までのSCMCは、触媒としてFe:Ni=90:10(重量比)のものを使っていた。今回、Fe:Ni=50:50のものを使うことで前者とは異なるモルフォロジーを持ったSCMCが得られた。コイル径、コイルギャップ、ファイバー径は、それぞれ、1~2 μm 、~1.0 μm 、0.2~0.5 μm のものが多く観察された。As-grown SCMCをAr雰囲気気下、2500 $^{\circ}\text{C}$ 、2.5時間熱処理した。熱処理したSCMCとAs-grown SCMCをFE-SEM、TEM及びRaman spectraを使ってモルフォロジー及び構造を調べた。As-grown SCMCは非晶質であった。熱処理することでSCMCはグラファイト化が進んだ。

Synthesis approach.

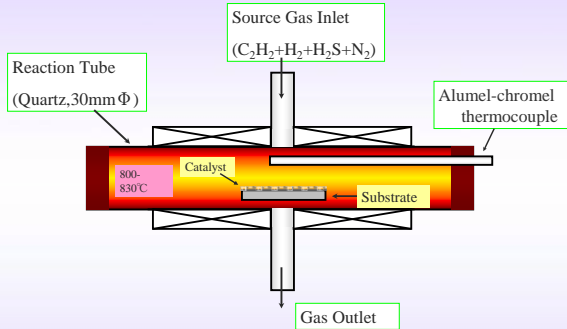


Fig. 1. Reaction tube for the preparation of single-helix carbon microcoils (SCMCs).

Comparison of SCMC with CMC.

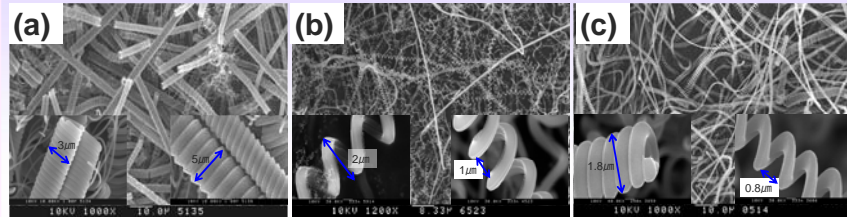


Fig. 2. SEM images of CMC and SCMC.

Table 1. Difference in synthesis condition.

	Catalyst	Reaction temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Morphology
(a) CMC	Ni	750~800	Double helix
(b) SCMC	Fe+Ni (90:10)	700~730	Single helix
(c) SCMC	Fe+Ni (50:50)	800~830	Single helix

Growth observation.

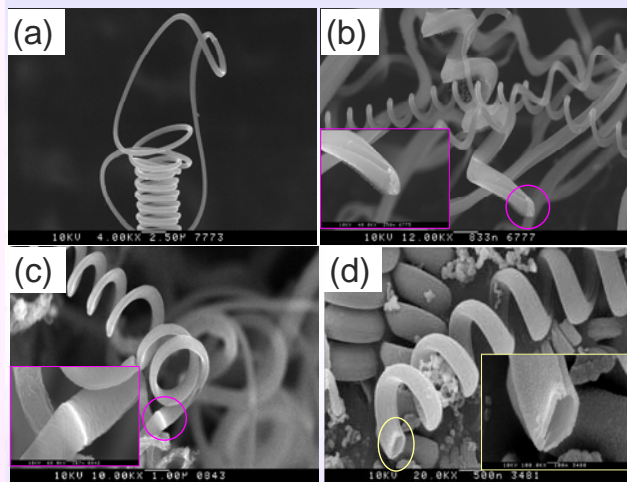


Fig. 3. SEM images of growth tip.

(a) CMC (b) SCMC (Fe:Ni=90:10), (c) SCMC (Fe:Ni=50:50), (d) Heat-treated SCMC (Fe:Ni=50:50)

Structure of SCMC.

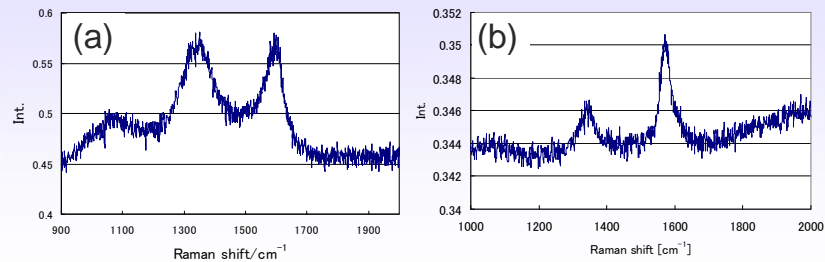


Fig. 4. Raman spectra of SCMC. (a) as-grown SCMC, (b) heat-treated SCMC.

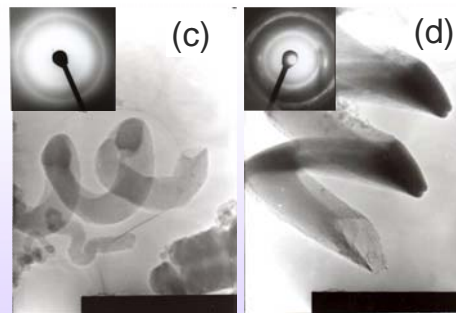


Fig. 5. TEM images and electron diffraction patterns of SCMC. (c) as-grown SCMC, (d) heat-treated SCMC.

Yield change.

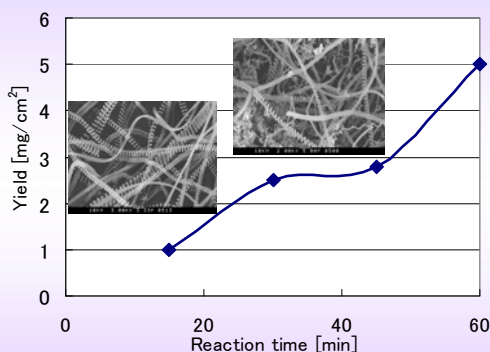


Fig. 6. Relationship between yield and reaction time.

Influence of C₂H₂ flow rate.

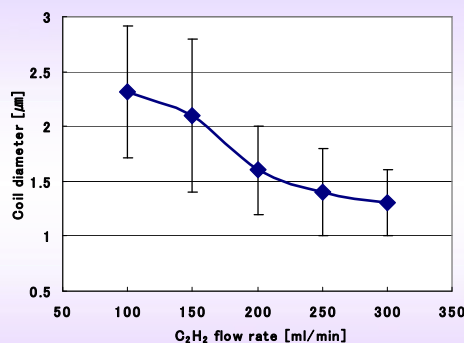


Fig. 7. Relationship between coil diameter and C₂H₂ flow rate.

Conclusion

- ①. 触媒(Fe/Ni=50:50)を用いた時、800~830 $^{\circ}\text{C}$ でSCMCを得ることができた。
- ②. SCMCは、触媒を中心に両サイドに成長した。
- ③. As-grown SCMCは非晶質であるのに対し、heat-treated SCMCはグラファイト化が進んだ。
- ④. 最適反応時間は、30分であった。
- ⑤. アセチレンの流量を変えることで、コイル径を調節することが出来た。