

熱重量測定によるCNTの純度と耐熱性の評価

Evaluation of purity and thermal resistance of CNT by thermogravimetry

CNT(カーボンナノチューブ)はナノテクノロジーを支える素材として幅広い応用が期待されています。今回は熱分析の代表的な手法である、熱重量測定(TG)を用いてCNTの純度、耐熱性の評価を行うとともにラマン分光光度計の測定結果との対比も行いました。CNTは空気中で加熱すると燃焼による質量減少を生じ、燃焼後は触媒として用いられた金属粒子などが残るため質量減少率より純度を調べることができます。また、質量減少の生ずる温度によって耐熱性を評価したり、アモルファスカーボンとの識別定量を行うことが可能です。熱重量測定装置TGA-50は耐震性に優れた吊り下げ式の高感度天秤を採用した熱重量測定単能機で1mg以下の試料量でも高安定な測定が可能です。また示差熱・熱重量同時測定装置DTG-60は示差熱分析を同時に測定する手法として利用されています。

A.Naganishi

DTG-60によるCNT(SWNT)の測定

Measurement of CNT(SWNT) by DTG-60

DTG-60(上皿式天秤)は質量変化とともに示差熱分析(DTA)を同時に測定できる装置です。Fig.3にアーク放電法により得られたSWNT(単層カーボンナノチューブ)を測定した結果を示します。

TGでは500 付近よりCNT(SWNT)の燃焼による質量減少が見られます。DTA曲線では682.7 にCNT(SWNT)の燃焼による発熱ピークが見られますが、それより低い322 にも発熱ピークが見られます。これはアモルファスカーボンの燃焼によると考えられます。DTAの2つのピークに対応する2段の重量減少率より、アモルファスカーボンとCNT(SWNT)の比率を求めることが可能です。

試料ご提供：名城大学 安藤研究室

TGA-50による微量CNTの測定

Measurement of CNT by TGA-50

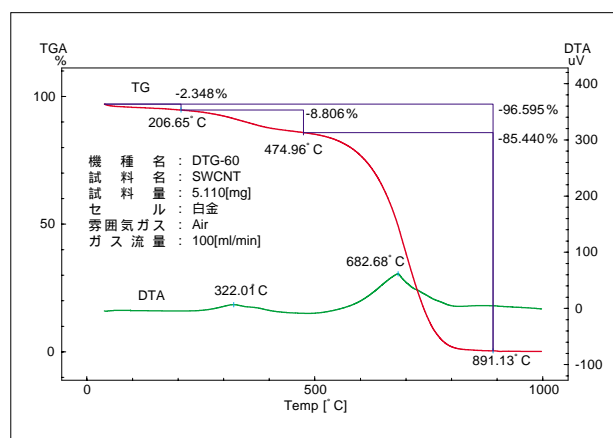
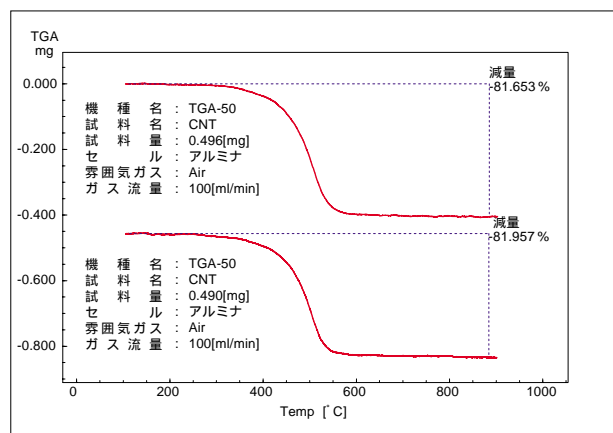
TGA-50(吊り下げ式天秤)は高感度を特徴とする熱重量測定装置です。Fig.4はHiPco法により得られたCNTを測定した結果です。試料量が0.5mg以下にもかかわらず2回の繰り返し測定で、再現の良い結果が得られました。微量なCNTの熱重量測定にはTGA-50が有効と考えられます。



Fig.1 DTG-60



Fig.2 TGA-50

Fig.3 アーク放電法によるSWNTのTG/DTA測定
TG/DTA measurement of SWNT by arc dischargeFig.4 微量(約0.5mg)CNTのTG測定
TG results on approximately 0.5mg CNT

ラマン分光によるCNT(MWNT), CNFの測定

Measurement of CNT(MWNT) and CNF by Raman Spectrophotometer

CNTのラマンスペクトルには、 1590cm^{-1} 付近にグラファイト構造に由来のG-bandと 1350cm^{-1} 付近に欠陥に由来するD-bandのピークが現れます。これらのピーク比を用いてCNTの結晶性や欠陥濃度を評価することが可能です。Fig.5-1はG/D比の異なるMWNT(多層カーボンナノチューブ)のラマンスペクトルです。試料は市販のCNT(MWNT)で、製法が異なるものです。Aに比べてBの方がD-bandが

小さく純度が高いことがわかります。Fig.5-2のスペクトルはCO₂固定化技術によって得られたCNF(カーボンナノファイバー)です。Fig.5-1の試料に比べるとG/D比がかなり小さいことがわかりますが、このCNFはカップスタック型と呼ばれるメガホンを重ねたような構造をもち、末端基が通常のCNTに比べて多いことがD-bandの強度が強くなって

装置：カイザー社 HoloLab series 5000(レーザー：532nm)

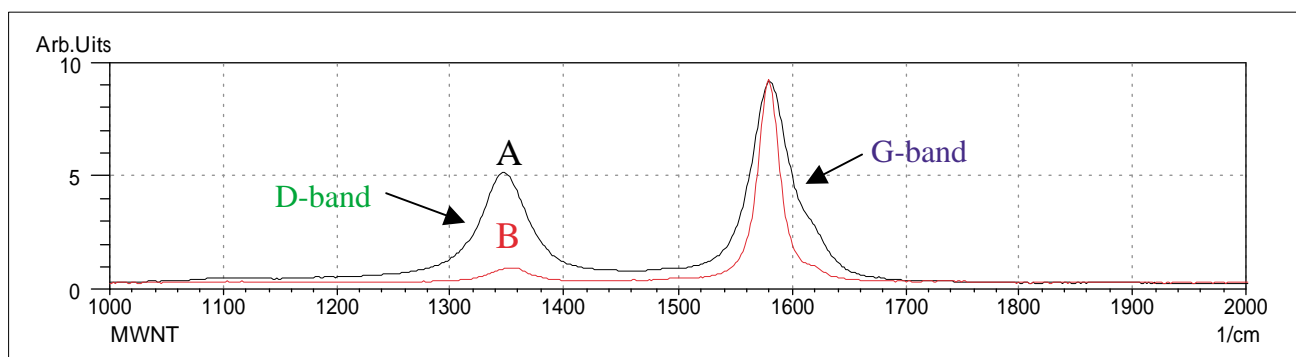


Fig.5-1 市販多層ナノチューブのラマンスペクトル
Raman spectrum of MWNT

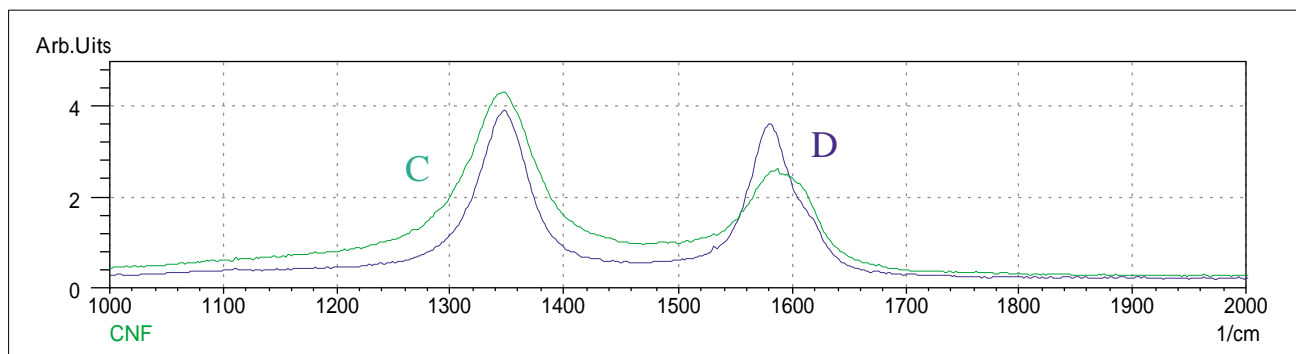


Fig.5-2 CNFのラマンスペクトル
Raman spectrum of CNF

熱重量測定によるMWNT, CNFの測定

Thermogravimetric analysis of MWNT and CNF

Fig.6はFig.5-1とFig.5-2で示した4種類の試料の熱重量測定結果です。500 ~ 800 の範囲で燃焼による質量減少があります。A,BのMWNTにおいてはD-bandの小さい試料Bの方が燃焼温度が高くなっています。さらにBでは残渣がほとんどないこともわかります。C,DのCNFにおいてはD-bandの大きな試料Cの方が燃焼温度が低くなっています。従ってFig.5-1,5-2のG/D比が大きいものほど耐熱性が高いことがわかります。500 以下ではほとんど質量減少がないことから、アモルファス成分はほとんどなく、また残渣量から残留触媒や不純物の量がわかります。

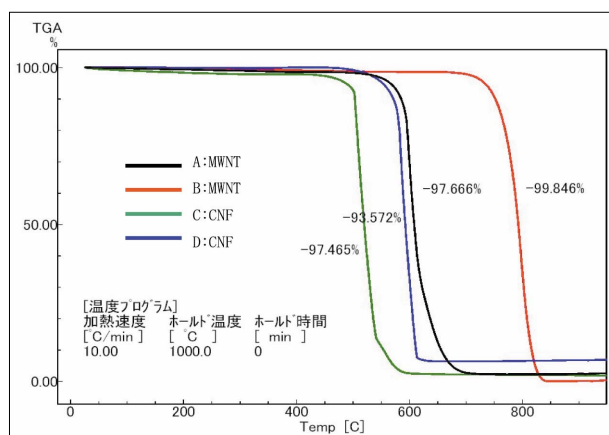


Fig.6 TGによるMWNT, CNFの測定
Thermogravimetric analysis of MWNT and CNF

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691