(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4378350号
(P4378350)
(45)発行日　平成21年12月2日(2009.12.2)　(24)登録日　平成21年9月18日(2009.9.18)

(51)Int.Cl.　F I
C01B 31/02 (2006.01)　C01B 31/02 101F

請求項の数 6　(全 10 頁)

(21)出願番号	特願2005-518768 (P2005-518768)	(73)特許権者	505354176
(86)(22)出願日	平成16年3月17日 (2004.3.17)		リー　チェオル－ジン
(65)公表番号	特表2006-520733 (P2006-520733A)		大韓民国　５７３－３５２　ジェオラブク－ドー　グンサン市　ナウーン２－ドン　ヒュンダイ３チャアパート　３０４－１００４
(43)公表日	平成18年9月14日 (2006.9.14)		
(86)国際出願番号	PCT/KR2004/000577		
(87)国際公開番号	WO2004/083113		
(87)国際公開日	平成16年9月30日 (2004.9.30)	(74)代理人	100082164
審査請求日	平成17年9月21日 (2005.9.21)		弁理士　小堀　益
(31)優先権主張番号	10-2003-0017616	(74)代理人	100105577
(32)優先日	平成15年3月20日 (2003.3.20)		弁理士　堤　隆人
(33)優先権主張国	韓国(KR)	(72)発明者	リー　チェオル－ジン
(31)優先権主張番号	10-2004-0017644		大韓民国　５７３－３５２　ジェオラブク－ドー　グンサン市　ナウーン２－ドン　ヒュンダイ３チャアパート　３０４－１００４
(32)優先日	平成16年3月16日 (2004.3.16)		
(33)優先権主張国	韓国(KR)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】気相成長法による二重壁炭素ナノチューブの大量合成方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

Ｆｅ－Ｍｏ合金、Ｃｏ－Ｍｏ合金またはＮｉ－Ｍｏ合金からなる２～５ｎｍサイズの触媒金属粒子を、酸化マグネシウム（ＭｇＯ）からなる保持材粉末のナノ孔中に固着させること、

触媒金属粒子が固着した保持材粉末を大気雰囲気で焼結すること、

前記保持材粉末に固着した触媒金属粒子に炭素源ガスを供給して、炭素源ガスと触媒金属粒子との反応により二重壁炭素ナノチューブを合成することを含んでなり、

触媒金属粒子を保持材粉末中に固着させるステップは、

Ｆｅ、ＣｏまたはＮｉを含む硝酸塩溶液と、ＭｏまたはＭｏを含む溶液とを混合して触媒金属粒子が含まれた第１の溶液を作ること、

触媒金属粒子が含まれた第１の溶液と保持材粉末とを混合して第２の溶液を形成すること、

第２の溶液内の水分を除去すること、および

触媒金属粒子を含む保持材粉末を粉砕して、触媒金属粒子が固着した保持材粉末を形成するステップからなることを特徴とする二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【請求項２】

水分除去は、真空オーブンを利用して１５０℃で１５時間行われる請求項１に記載の二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【請求項３】

第２溶液が、Ｆｅ、ＮｉまたはＣｏとＭｏおよびＭｇＯを含む場合、Ｆｅ、ＮｉまたはＣｏ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は、０．７～１：０．１～０．３：１０～１３であり、
第２溶液がＦｅとＮｉとＭｏ及びＭｇＯを含む溶液である場合には、Ｆｅ：Ｎｉ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は、０．７～１：０．１～０．３：０．１～０．３：１０～１３であり、
および
前記混合溶液がＦｅとＣｏとＭｏおよびＭｇＯを含む場合には、Ｆｅ：Ｃｏ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は、０．７～１：０．１～０．３：０．１～０．３：１０～１３である請求項１に記載の二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【請求項４】
焼結は、大気雰囲気中で７００ないし９００℃の温度で６ないし１２時間行われる請求項１に記載の二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【請求項５】
炭素ナノチューブの形成は、
触媒金属粒子が固着した保持材粉末を反応器内に装填すること、
保持材粉末を含む反応器の温度を７００～１１００℃に維持すること、
および
反応器内に、アルコール、ベンゼン、ヘキサン、ＴＨＦ（テトラ　ハイドロフラン）およびプロパノールからなる群からなる炭素源から選択された炭素源溶液を、気化器を利用してガス状で供給することを含む請求項１に記載の二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【請求項６】
炭素ナノチューブの形成は、
触媒金属粒子が固着した保持材粉末を反応器内に装填すること、
保持材粉末を含む反応器の温度を７００～１１００℃に維持すること、
および、
反応器内に、アセチレン、メタン、エチレン、プロパンおよび一酸化炭素からなる群から選択された炭素源ガスを供給することを含む請求項１に記載の二重壁炭素ナノチューブの合成方法。

【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、二重壁炭素ナノチューブの合成方法に係り、より詳細には、気相成長法を利用して大量に二重壁炭素ナノチューブを合成する方法に関する。

【背景技術】
【０００２】
炭素ナノチューブは、黒鉛シートが円筒形に巻かれたものである。黒鉛シートの数に応じて、炭素ナノチューブは、１枚の黒鉛シートを有する単一壁炭素ナノチューブ（ｓｉｎｇｌｅ－ｗａｌｌｅｄ　ｃａｒｂｏｎ　ｎａｎｏｔｕｂｅ）と、２枚の黒鉛シートを有する二重壁炭素ナノチューブ（ｄｏｕｂｌｅ－ｗａｌｌｅｄ　ｃａｒｂｏｎ　ｎａｎｏｔｕｂｅ）、および、３枚あるいはそれ以上の黒鉛シートを有する多重壁炭素ナノチューブ（ｍｕｌｔｉｗａｌｌｅｄ　ｃａｒｂｏｎ　ｎａｎｏｔｕｂｅ）に区分できる。
【０００３】
そのうち、二重壁炭素ナノチューブは、単一壁炭素ナノチューブと多重壁炭素ナノチューブとの両方の長所を有するために、電子放出装置、電子装置、センサー、高強度複合素材などで幅広い応用が期待されている。この二重壁炭素ナノチューブが多様な分野で有効に使われるためには、高純度の二重壁炭素ナノチューブを低コストで大量合成することが要求されている。
【０００４】
この二重壁炭素ナノチューブを合成するための方法としては、電気放電法および気相合成法がある。電気放電法を利用した際には、炭素ナノチューブ以外にも非晶質炭素物質が

副産物として生成される。したがって、高純度の炭素ナノチューブを得るためには、必ず熱的、化学的なろ過過程が必要になる。また、電気放電法は、炭素ナノチューブを低コストで大量合成することが困難である。

【０００５】

これにより、高純度炭素ナノチューブを低コストで大量合成するための代替案として、気相合成法が大変注目されている。ところが、現在まで報告された種々の気相合成法によって二重壁炭素ナノチューブを合成する場合、二重壁炭素ナノチューブの収率が非常に低く、また、二重壁炭素ナノチューブとともに、単一壁炭素ナノチューブや非晶質炭素粒子が多量に生成される。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

本発明は、気相合成法により数ｎｍ以下の径を有する高純度の二重壁炭素ナノチューブを大量に合成する方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【０００７】

本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法は、Ｆｅ－Ｍｏ合金、Ｃｏ－Ｍｏ合金またはＮｉ－Ｍｏ合金からなる、２～５ｎｍサイズの触媒金属粒子を、酸化マグネシウム（ＭｇＯ）からなる保持材粉末のナノ孔に固着させる。

【０００８】

次いで、前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末を焼結する。その後、保持材粉末に固着した触媒金属粒子に炭素源ガスを供給して、炭素源ガスと触媒金属粒子との反応により二重壁炭素ナノチューブを合成する。

【０００９】

前記触媒金属粒子を保持材粉末のナノ孔に固着させるために、先ず、Ｆｅ、ＣｏまたはＮｉを含む硝酸塩溶液と、ＭｏまたはＭｏを含む溶液とを混合して触媒金属粒子が含まれた第１の溶液を作る。次に前記触媒金属粒子が含まれた第1の溶液と保持材粉末とを混合して第２の溶液を作る。さらに第２の溶液内の水分を除去する。前記触媒金属粒子及び保持材粉末が含まれた第２の溶液の水分除去は、真空オーブンを利用して１５０℃で１５時間行うことが望ましい。その後前記触媒金属粒子が含まれた保持材粉末を粉砕して、前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末を形成する。

【００１０】

前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末の焼結は、大気雰囲気中で７００ないし９００℃の温度で６ないし１２時間行うことが望ましい。前記二重壁炭素ナノチューブは、前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末を反応器の内部に入れた後、反応器の温度を７００～１１００℃に維持させ、前記反応器の内部に、気化器内の炭素源溶液を気化させて炭素源ガスを供給して合成する。

【００１１】

本発明は、触媒金属粒子が保持材粉末のナノ孔に固着されるために、高温でも触媒金属粒子の移動が抑制されて均一な直径を持つ二重壁炭素ナノチューブを大量に合成することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１２】

以下、添付図面を参照して本発明の実施形態を詳細に説明する。しかし、次に例示する本発明の実施形態は色々な他の形態に変形でき、本発明の範囲が後述する実施形態に限定されるものではない。本発明の実施形態は、当業者に本発明をさらに完全に説明するために提供されるものである。

【００１３】

図１及び図２は、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法に利用された炭素ナノチューブ合成装置の概略図である。

【００１４】
具体的に、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成は、気相合成法を利用する。それを具現するための炭素ナノチューブ合成装置は、反応器１００及び、前記反応器の外部には前記反応器を加熱させうる加熱コイル１０２が位置し、前記反応器１００の内部にボート１０４が位置する。前記ボート１０４は、石英ボートまたはグラファイトボートを利用する。前記ボート１０４内には、二重壁炭素ナノチューブが成長する触媒物質１０６が含まれる。本発明の触媒物質１０６は、後述するように、触媒金属粒子が固着した保持材粉末を利用する。
【００１５】
前記反応器１００のガス注入口１０７には、第１ガス供給管１０８を通じてアルゴンガス供給源１１０が連結される。特に、図１に図示した前記アルゴンガス供給源１１０は、アルゴンガスを炭素源溶液、例えば、アルコールが含まれている気化器１１９に供給できる第２ガス供給管１１２が連結されている。前記炭素源溶液は、アルコール以外にもベンゼン、ヘキサン、ＴＨＦ（Ｔｅｔｒａ ｈｙｄｒｏｆｕｒａｎ）またはプロパノールを使用できる。
【００１６】
前記反応器１００のガス注入口１０７には、炭素源ガスが供給される第３ガス供給管１１６が連結されている。前記アルゴンガス供給源１１０に連結された第２ガス供給管１１２を通じてアルゴンガスを供給することによって、炭素源溶液を気化させて、第３ガス供給管１１６を通じて炭素源ガスが供給される。
【００１７】
そして、図２に図示した炭素ナノチューブ合成装置は、アルゴンガス供給源１１０に第２ガス供給管１１２が連結されておらず、第３ガス供給管１１６に直接に炭素源ガス供給源１１８が連結されている。これにより、図２に図示した炭素ナノチューブ合成装置は、前記炭素源ガス供給源１１８に連結された第３ガス供給管１１６を通じて直接に炭素源ガスが供給される。
【００１８】
前記炭素源ガス供給源１１８を通じて供給される炭素源ガスの例には、アセチレン、メタン、エチレン、プロパン、一酸化炭素などを挙げられる。図１及び図２の炭素源ガス供給方式は、いかなる方法を使用しても本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成には支障がない。
【００１９】
前記第１ガス供給管１０８、第２ガス供給管１１２、及び第３ガス供給管１１６には、それぞれ反応器１００内へのガス供給を遮断できる第１弁１２０、第２弁１２２及び第３弁１２４が設置されている。前記反応器１００のガス注入口１０７に注入されたガスは、矢印方向に移動してガス排出口１２６に排出される。
【００２０】
本発明の気相合成法による二重壁炭素ナノチューブの合成装置は、後述するように反応器１００の温度を一定温度に維持しつつ、気化器１１９を通じてガス状の炭素源ガスを供給するか、反応器内に炭素源ガスを供給して、触媒物質１０６上で気相合成法で二重壁の炭素ナノチューブを成長させる。前記二重壁の炭素ナノチューブを成長させる時、必要に応じてアルゴンガス供給源１１０を通じてアルゴンガスを供給する。
【００２１】
図３は、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法を説明するためのフローチャートであり、図４は、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成メカニズムを図示した概略図である。
【００２２】
具体的に、本発明によって気相合成法により二重壁炭素ナノチューブを合成するためには、適切な大きさの触媒金属粒子の形成が必ず必要であり、適当な炭素源ガスを供給せねばならない。適切な大きさの触媒金属粒子を形成させるためには、数ｎｍサイズの孔を持

つ適切な保持材を選定せねばならず、触媒金属粒子が溶解された溶液での触媒金属の濃度を適切に調節せねばならない。最終的には、炭素ナノチューブは、触媒金属粒子と反応する炭素源ガスを適切に供給せねばならず、合成温度が重要な要素として作用する。

【００２３】

そのために、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法は、大きく３ステップで構成される。第１ステップで、Ｆｅ－Ｍｏ合金、Ｃｏ－Ｍｏ合金またはＮｉ－Ｍｏ合金から形成された２～５ｎｍサイズの触媒金属粒子を酸化マグネシウム（ＭｇＯ）から形成された保持材粉末のナノ孔（数ｎｍの孔）に固着させる（ステップ２００）。

【００２４】

前記触媒金属粒子を保持材粉末のナノ孔に固着させる方法は、下記の通りである。

【００２５】

まず、触媒金属粒子が含まれた溶液を製造する（ステップ２０２）。触媒金属粒子が含まれた溶液の例には、$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$、$FeCl_2 \cdot 9H_2O$、$CoSO_4 \cdot XH_2O$、$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$、$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$、$NiSO_4 \cdot 6H_2O$など多くの例を挙げられる。そして、触媒金属粒子であるＭｏ金属が含まれた溶液は、MoS_2、$MoCl_2$などを脱イオン水に稀釈させて使用するか、固体状態のＭｏ金属をそのまま利用できる。したがって、前記触媒金属粒子が含まれた溶液は、前述した物質から選択して混合した後、脱イオン水に１時間稀釈して作る。

【００２６】

次いで、触媒金属粒子が含まれた溶液を、脱イオン水と保持材（保持材粉末）との混合液に１時間超音波装置で混合させて混合溶液を製造する。換言すれば、触媒金属粒子が含まれた溶液と保持材粉末とを混合させる（ステップ２０４）。

【００２７】

前記触媒金属粒子と保持材粉末とが含まれた混合溶液がＦｅ、ＮｉまたはＣｏとＭｏ及びＭｇＯを含む溶液である場合、Ｆｅ、ＮｉまたはＣｏ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は、０．７～１：０．１～０．３：１０～１３とする。前記触媒金属粒子と保持材粉末とが含まれた混合溶液が、ＦｅとＮｉとＭｏ及びＭｇＯを含む溶液である場合、Ｆｅ：Ｎｉ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は０．７～１：０．１～０．３：０．１～０．３：１０～１３とする。前記触媒金属粒子と保持材粉末とが含まれた混合溶液がＦｅとＣｏとＭｏ及びＭｇＯを含む溶液である場合、Ｆｅ：Ｃｏ：Ｍｏ：ＭｇＯのモル比は、０．７～１：０．１～０．３：０．１～０．３：１０～１３とする。

【００２８】

次いで、前記触媒金属粒子と保持材粉末とが含まれた混合溶液を超音波装置から取り出した後、真空オーブンを利用して１５０℃で１５時間乾燥させて水分を除去する（ステップ２０６）。次いで、水分が除去されて触媒金属粒子が含まれた保持材粉末をさらに微細にするために、乳鉢（Ｍｏｒｔａｒ）で粉砕して、最終的に触媒金属粒子を保持材粉末のナノ孔に固着させる（ステップ２０８）。

【００２９】

本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法の第２ステップで、触媒金属粒子が固着した保持材粉末を焼結させる（ステップ３００）。前記焼結によって保持材粉末の表面積を拡大させることができるために、今後の二重壁炭素ナノチューブの合成時に実質的に反応に関与する触媒金属粒子の密度を高めることができる。

【００３０】

前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末の焼結によって触媒金属粒子のサイズを２～５ｎｍに適切に調節し、触媒金属粒子を活性化させうるために、二重壁炭素ナノチューブの合成時に炭素ナノチューブの収率を非常に高めることができる。

【００３１】

前記焼結は、触媒金属粒子が固着した保持材粉末を炉に入れて７００～９００℃で６時間ないし１２時間大気雰囲気で焼結させる。前記焼結温度及び時間は調節でき、雰囲気ガスとしては、水素またはアルゴンガスを使用してもよい。

【００３２】
次いで、本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法の第３ステップで、前記保持材粉末に固着した触媒金属粒子上に炭素源ガスを供給して、炭素源ガスと触媒金属粒子との触媒反応により二重壁炭素ナノチューブを形成する（ステップ４００）。
【００３３】
前記二重壁炭素ナノチューブの形成は、図１ないし図２を参考としてさらに詳細に説明する。まず、前記触媒金属粒子が固着した保持材粉末１０６をボート１０４に入れた後、反応器１００の内部にボート１０４を装着させる（ステップ４０２）。
【００３４】
次いで、前記反応器１００の内部にアルゴンガスを１０００ｓｃｃｍで供給しつつ反応器１００の温度を任意温度、望ましくは、７００～１１００℃に維持させる（ステップ４０４）。　次いで、図１のような炭素ナノチューブ合成装置を利用する場合には、前記反応器１００の内部に供給するアルゴンガスを中断し、１０００ｓｃｃｍのアルゴンガスを気化器１１９内に１０分間供給して炭素源溶液、例えば、アルコールを気化させて、第3ガス供給管１１６を通じて炭素源ガスを供給する。前記気化器１１９内に注入されるアルゴンガスの流量は、反応器１００の大きさによって調節される。前記炭素源溶液は、アルコール以外にもベンゼン、ヘキサン、ＴＨＦ、プロパノールなどが使われうる。
【００３５】
そして、図２のような炭素ナノチューブ合成装置を利用する場合には、前記反応器１００の内部に供給するアルゴンガスを中断し、炭素源ガス供給源及び第３ガス供給管１１６を通じて炭素源ガス、例えば、アセチレンを４０ｓｃｃｍの流量で約２０分間供給する。前記炭素源ガスは、アセチレン以外にもメタン、エチレン、プロパンまたは一酸化炭素を利用する。結果的に、反応器１００の内部に供給された炭素源ガスによって、触媒金属粒子上に触媒反応によって二重壁炭素ナノチューブが合成される（ステップ４０６）。
【００３６】
前記二重壁炭素ナノチューブの合成時、反応器１００は大気圧状態に維持しつつ進めることが望ましい。前記二重壁炭素ナノチューブの合成が終わった後、反応器１００の内部にアルゴンガスを５００ｓｃｃｍで供給しつつ反応器１００の温度を徐々に低める。
【００３７】
前記二重壁炭素ナノチューブの合成時、気化器１１９内に注入されるアルゴンガスの流量を適切に調節するか、反応器１００内に直接供給される炭素源ガスを適切に調節する。これにより、触媒金属粒子の表面に過剰の炭素原子が供給されることを抑制し、触媒金属粒子の表面に吸着される非晶質炭素物質を除去するか、成長する炭素ナノチューブの外壁に非晶質炭素塊や炭素粒子が付着されることを抑制できる。
【００３８】
ここで、図１、図２及び図４を参考して本発明により触媒粒子上に二重壁炭素ナノチューブが合成（成長）される過程をさらに詳細に説明する。
【００３９】
具体的に、本発明の触媒金属粒子５０５は、保持材粉末５０１のナノ孔５０３に固着されて存在する。このように、ナノ孔５０３に固着した触媒金属粒子が含まれた反応器１００内に炭素源ガス（例えば、Ｒ－ＯＨ、ここで、Ｒは炭化水素を表す）を供給すれば、供給された炭素源ガスが気相で熱分解（ｐｙｒｏｌｙｓｉｓ）されて炭素ユニット（Ｃ＝ＣまたはＣ）及び自由水素（H_2）を形成すると共に、炭素ユニットが触媒金属粒子５０５の表面に吸着された後、内部に広がって入って溶解される。次いで、触媒金属粒子５０５の内部に炭素ユニットが拡散して蓄積されれば、二重壁の炭素ナノチューブ５０７が成長し始める。炭素ユニットが供給され続ければ、触媒作用（反応）により、二重壁炭素ナノチューブ５０７が触媒金属粒子から成長し続ける。
【００４０】
本発明は、触媒金属粒子５０５が保持材粉末５０１のナノ孔５０３に固着されるために、炭素ナノチューブの合成時に要求される高温でも触媒金属粒子の移動が抑制されて、非

常に均一な直径を持つ二重壁炭素ナノチューブの合成が可能である。

【００４１】

さらに、本発明は、ナノ孔に固着された触媒金属粒子状に、最適の炭素源供給条件で炭素ナノチューブが合成されるために、非晶質状態の炭素塊が形成されずに高純度の炭素ナノチューブを形成できる。これにより、本発明は炭素ナノチューブの合成後の精製過程が不要になる。

【００４２】

図５は、本発明によって形成された二重壁炭素ナノチューブのＳＥＭ写真を図示した図面であり、図６及び図７は、本発明による二重壁炭素ナノチューブのＴＥＭ写真を図示した図面である。

【００４３】

具体的に、図５に図示した炭素ナノチューブは、精製過程を経ないサンプルである。図５に図示したように、本発明によって非晶質炭素塊などの不良なしに大量の炭素ナノチューブが合成されることが分かる。さらに、図５の炭素ナノチューブの直径は２０～４０ｎｍである。そして、図６及び図７に図示したＴＥＭ写真から、本発明によって二重壁炭素ナノチューブが合成されることが分かる。

【００４４】

本発明は、焼結工程を使用して保持材粉末のナノ孔に固着した触媒金属粒子のサイズを２～５ｎｍ程度に適切に調節し、触媒金属粒子を活性化させることができる。それにより、本発明は、二重壁炭素ナノチューブの合成時に非晶質状態の炭素塊が形成されずに高純度の炭素ナノチューブを形成でき、炭素ナノチューブの収率を非常に高めることができる。

【００４５】

本発明は、非晶質状態の炭素塊が形成されずに炭素ナノチューブの合成後の精製過程が不要である。さらに、本発明は、複雑な装置や後続精製過程を使用せずに簡単な合成方法で高純度の二重壁炭素ナノチューブを大量に合成できる。

【産業上の利用可能性】

【００４６】

本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法は、炭素ナノチューブが利用できる分野、例えば、電子放出装置、電子装置、センサー、高強度複合素材などで利用できる。

【図面の簡単な説明】

【００４７】

【図１】本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法に利用された炭素ナノチューブ合成装置の概略図である。

【図２】本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法に利用された炭素ナノチューブ合成装置の概略図である。

【図３】本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成方法を説明するためのフローチャートである。

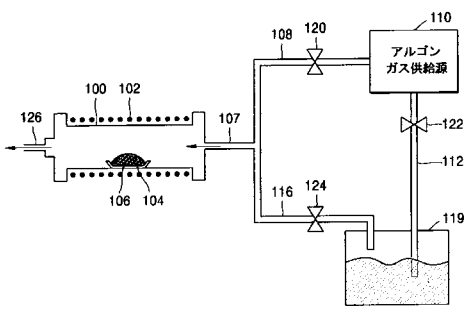
【図４】本発明の二重壁炭素ナノチューブの合成メカニズムを図示した概略図である。

【図５】本発明によって形成された二重壁炭素ナノチューブのＳＥＭ写真を図示した図面である。

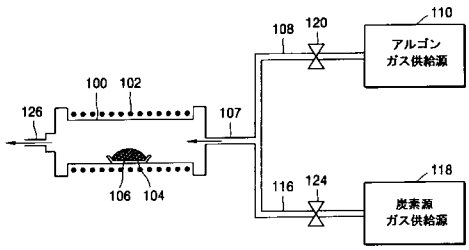
【図６】本発明による二重壁炭素ナノチューブのＴＥＭ写真を図示した図面である。

【図７】本発明による二重壁炭素ナノチューブのＴＥＭ写真を図示した図面である。

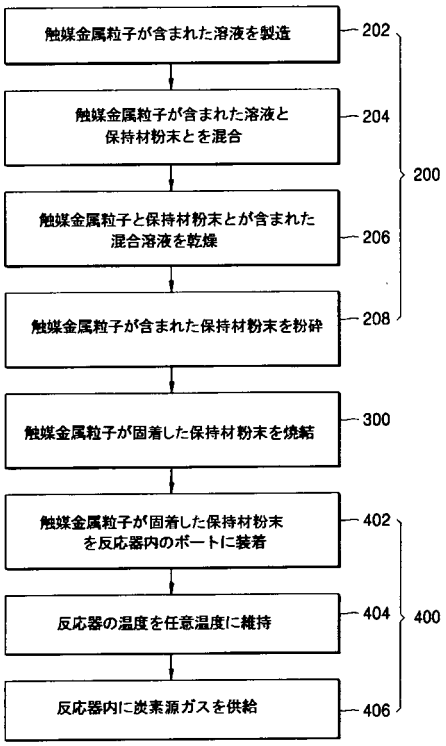
【図１】


110
108
120
アルゴン
ガス供給源
100
102
126
107
122
112
106
104
116
124
119

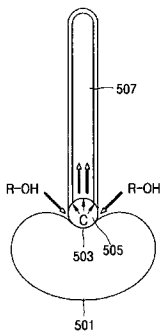
【図２】


110
108
120
アルゴン
ガス供給源
100
102
126
107
118
106
104
116
124
炭素源
ガス供給源

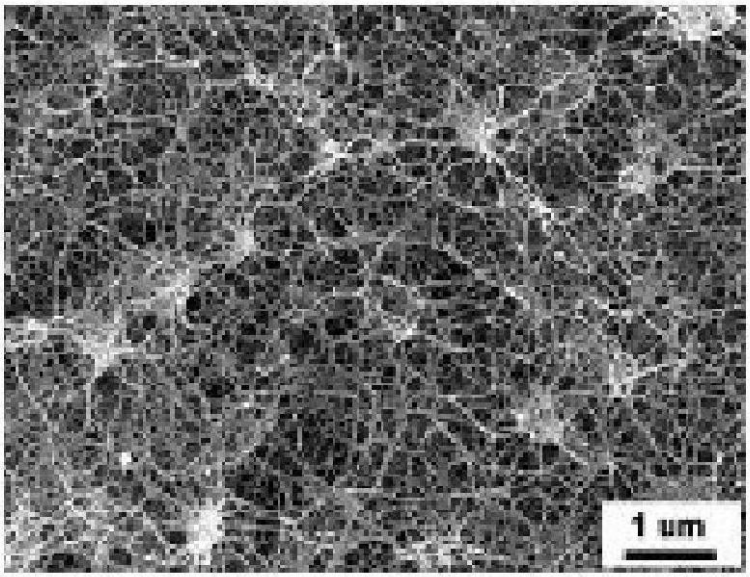
【図３】


触媒金属粒子が含まれた溶液を製造
202
触媒金属粒子が含まれた溶液と
保持材粉末とを混合
204
触媒金属粒子と保持材粉末とが含まれた
混合溶液を乾燥
206
触媒金属粒子が含まれた保持材粉末を粉砕
208
200
触媒金属粒子が固着した保持材粉末を焼結
300
触媒金属粒子が固着した保持材粉末
を反応器内のボートに装着
402
反応器の温度を任意温度に維持
404
400
反応器内に炭素源ガスを供給
406

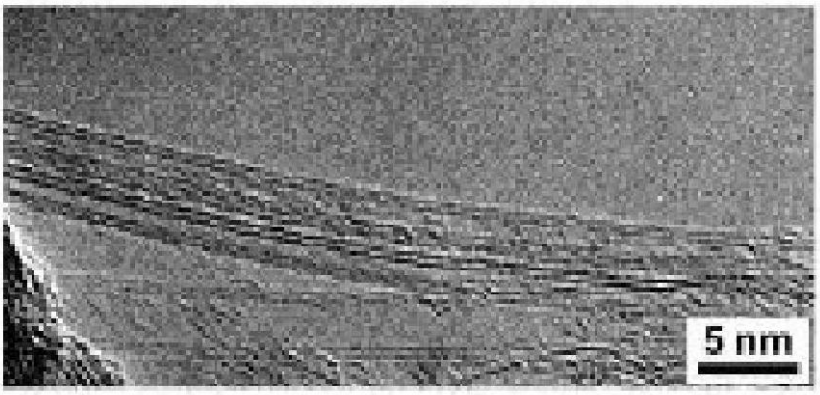
【図４】


507
R-OH
R-OH
C
503
505
501

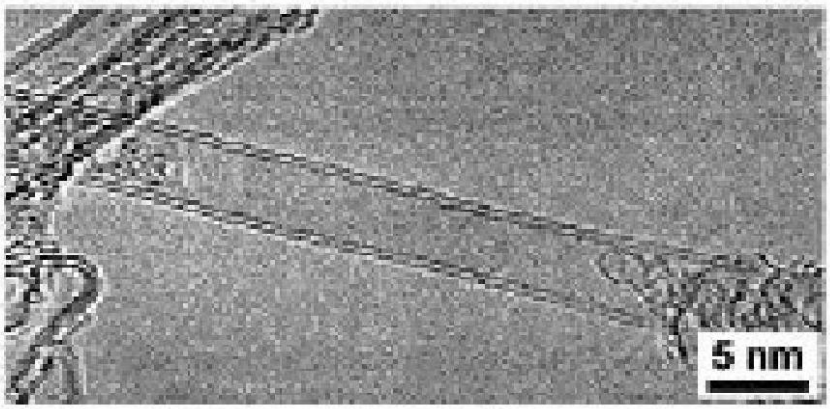
【図５】



【図６】



【図７】



フロントページの続き

審査官　壺内　信吾

(56)参考文献　特表２００２－５２６３６１（ＪＰ，Ａ）
特開２００２－２５５５１９（ＪＰ，Ａ）
特表２００３－５００３２６（ＪＰ，Ａ）
特開２００３－０３４５１４（ＪＰ，Ａ）
W. Z. Li, J. G. Wen, M. Sennett and Z. F. Ren, Clean double-walled carbon nanotubes synthesized by CVD, Chemical Physics Letters, ２００３年, Vol.368, p.299-306
ATSUTO OKAMOTO, et.al., Synthesis and characterization of multi- and single- wall carbon nanotubes by the catalytic vapor deposition method, MOL.CRYST.LIQ.CRYST., ２００２年, Vol.387, p.317-322
KINGSUK MUKHOPADHYAY, et.al., Bulk production of quasi-aligned carbon nanotube bundles by the catalytic chemical vapour deposition method, CHEM.PHYS.LETT., １９９９年, Vol.303, p.117-124
篠原久典、岡本篤人，ゼオライトＣＣＶＤ法を用いた各種カーボンナノチューブの高純度合成，金属，２００２年, Vol.72, No.9, p.864-866
TATSUKI KIRAOKA, et.al., Syntheses of high-quality double-walled carbon nanotubes by the catalitic chemical vapor deposition method, 第２３回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム，２００２年, p.146, [2P-79]

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C01B 31/02
JSTPlus(JDreamII)