

# 強磁場・低温環境下におけるカーボンナノ物質生成実験 Experiments of Creating Carbon Nanotubes at Low Temperature and High Fields

重松利信<sup>1</sup>, 川崎仁晴<sup>1</sup>, 富岡孝裕<sup>1</sup>, 今坂公宣<sup>2</sup>, 淡路智<sup>3</sup>  
<sup>1</sup>佐世保高専, <sup>2</sup>九産大・工, <sup>3</sup>東北大・金研  
T. Shigematsu<sup>1</sup>, H. Kawasaki<sup>1</sup>, T. Tomioka<sup>1</sup>, K. Imasaka<sup>2</sup> and S. Awaji<sup>3</sup>  
<sup>1</sup>SASEBO National College of Technology  
<sup>2</sup>Faculty of Engineering, Kyushu Sangyo University  
<sup>3</sup>Institute for Materials Research, Tohoku University

## 1. はじめに

1911年の飯島らによる円筒状電子ネットワークを持つかご状炭素物質（通称：Carbon Nano Tube）の発見以来、その基礎的研究や実用化を目指した応用研究が国内外で盛んに研究されており[1], [2], 超高速電子デバイスへの応用や超高分解能顕微鏡への応用など様々な試案が成され、今後の産業界を大きく発展させる可能性のあるナノ技術に大きな期待が寄せられている。

これまで我々は大量生産が可能な液体中放電実験に着目し、純水中での放電実験や液体窒素中、液体ヘリウム中での生成実験を行ってきた[3], [4]。純水中や液体窒素中での放電実験は国内外の機関でも成されているが[5][6][7][8][9]、液体ヘリウム中での放電実験は世界的にも例はなく、本研究が唯一である。我々はこれまでの研究によって、液体ヘリウム中放電法によるカーボンナノチューブの生成条件を導出し、生成に成功している(Fig.1 参照)。

本研究を更に進めるためには、カーボンナノ物質の生成を強磁場下で行えば、カーボンのクラスタリングは指向性の強い生成が期待でき、新規なカーボンナノ物質の発見の可能性が非常に高くなると考えており、新規な物質の発見が本研究のモチベーションである。

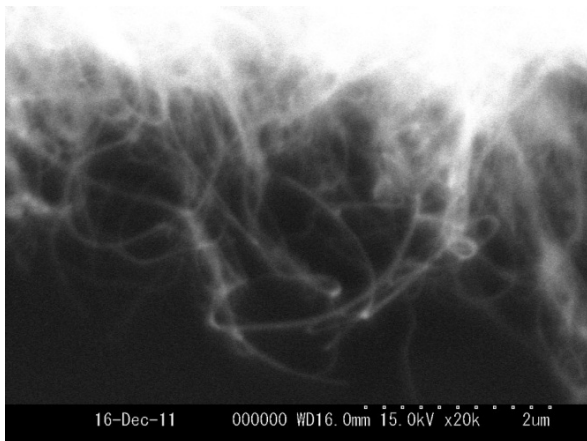


Fig.1 SEM images of the nano-material products using contact arc experiment in liquid helium.

## 2. 実験装置

実験装置の概略図を Fig.2 に示す。実験装置は魔法瓶構造を持つ透明なガラスデュワーと放電実験用部品から成っており、デュワーは液体窒素デュワーと液体ヘリウムデュワーの2種類からなる。液体窒素デュワーの上端部は大気解放であるが、液体ヘリウムデュワーはリークタイト構造とし、必要に応じて真空ポンプを通して排気が可能な構造としている。それによって、液体ヘリウム温度である 4.2K から超流動ヘリウム温度である 2K までの実験を可能にしている。実験空間の温度はセル下部に取り付けた酸化ルテニウム温度計によって測定する。

デュワー下部は無冷媒型超伝導磁石の室温ポアに合わせて、最外径が 100 mm に設計した。今回の実験で使用した無冷媒型超伝導磁石は 6T220-CSM であり、ポアは 220 であるために、寸法的には余裕があり、鏡を用いて放電の状況を確認するシステムを構築した。一方から LED 光を入射し、その陰影で電極の放電状況を確認する。確認は高速度カメラ (17000fps) で行った。

放電電極には陽極、陰極ともに 99.99% のカーボンロッドを用いた。また、放電時の放電特性（電流電圧特性）は回路に直列に入れた 1 の標準抵抗の両端電圧測定から放電時の電流を、電極の両端の電圧を直接測定することによって放電時の電圧を測定した。測定には 200MHz のデジタルオシロスコープを用いて観測する。

また、生成物は放電実験後、室温に戻した実験セル部から生成物を回収し SEM 或いは TEM を用いて精査する。

ところで、絶縁破壊電圧は以下であることがわかっている。

	絶縁破壊電圧 ギャップ長 0.5 mm
真空 at 4.2K	40 ~ 30kV
ヘリウムガス at 4.2K	~ 10kV
液体ヘリウム at 4.2K	20 ~ 10kV

そこで、電源には最大印加電圧 35kV の能力を有する Kikusui PWR1600L を用いた。

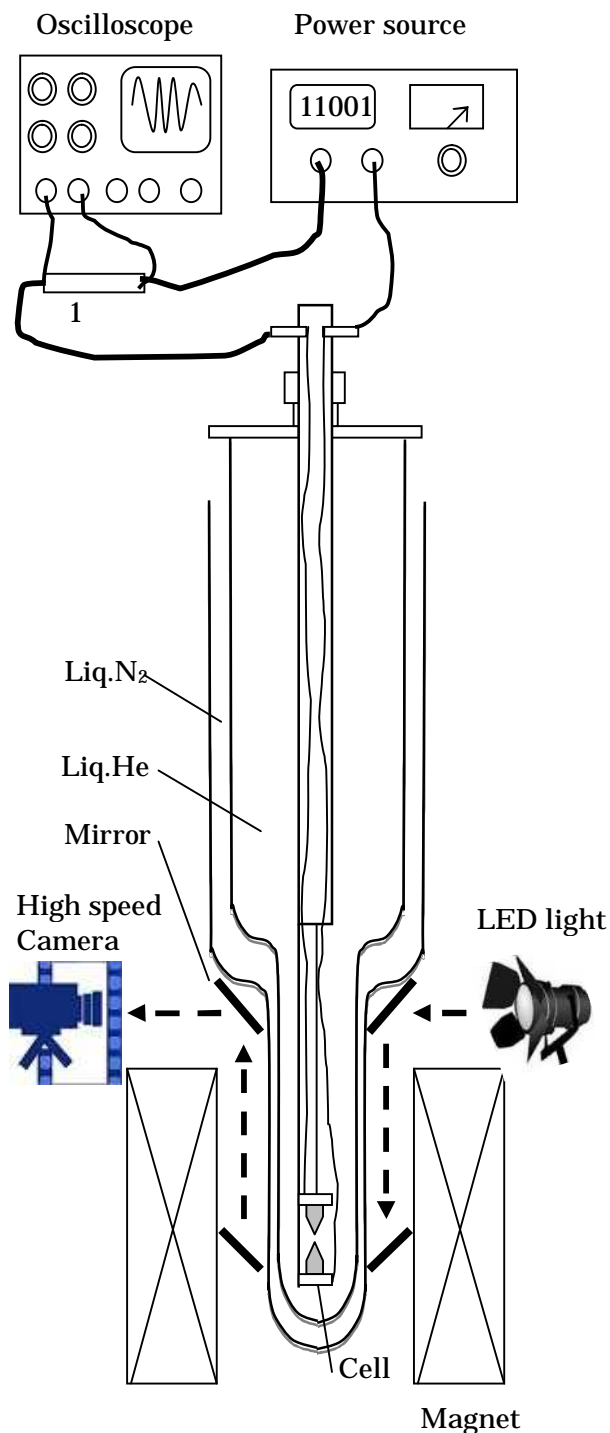


Fig. 2 Pulsed arc-discharge experimental setup.

### 3. 実験および結果

実験では室温から窒素温度に予冷した後に液体ヘリウムを輸送し、実験空間を液体ヘリウムで満たす。その後、無冷媒マグネットにセットし、磁場を印加し、放電実験を行う。この度の実験では 5T を印加しての放電実験を行った。液体ヘリウムの温度は 4.2K, 2.0K の 2 種類変化させた。

Fig.3 に超流動ヘリウム中の放電実験で得られた代表的な放電特性を示した。上段は電圧特性を示し、中段は電流特性を示した。下段にはホットダイオードで捕えた光の強度を示した。500ms 時に電極が接触し、電圧が印加されるとともに電流が流れ始めている。550ms 時には接触が切れ、その際に放電している様子が観測されている。放電時は電流・電圧ともに通電時よりも不安定であり、値も小さくなっている。また、接触が切れた直後(550ms 付近)では電流特性、電圧特性ともにノイズ幅が広がっているように見える。これは放電が立ったり消えたりしている状態で放電が瞬いている状態である。これらの傾向は磁場印加のない状態での放電実験で得られた結果とほぼ等しく、カーボンナノ物質の生成の可能性を強く示唆する。

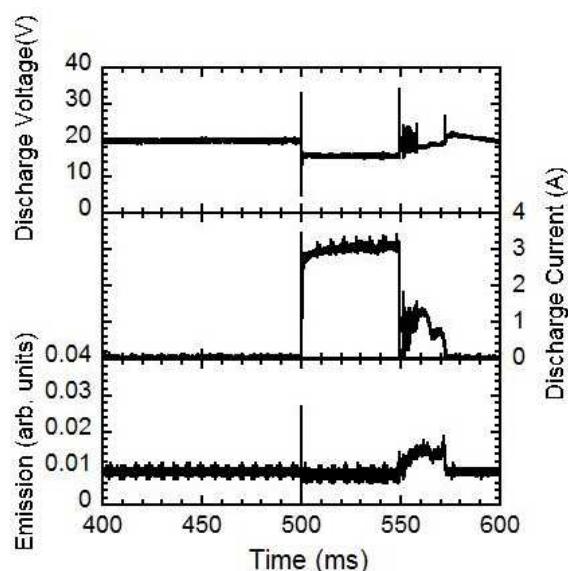


Fig. 3. Typical waveforms of voltage, current and light emission for intermittent arc discharge in superfluid liquid helium.

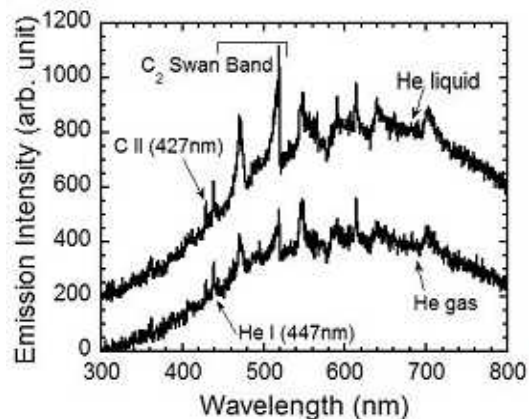


Fig. 4. Emission spectra of the discharge plasma in superfluid liquid helium.

Fig.4 に Fig.3 の観測時の光スペクトルの測定結果をしめす。明らかな C<sub>2</sub> swan band が観測されていることから、C<sub>2</sub>分子の存在が確認できた。つまりカーボン物質の生成が成り立った強い可能性を示唆している。

ところが、生成物をSEMで観測したところナノ物質の発見はできなかった(Fig.5 参照)。

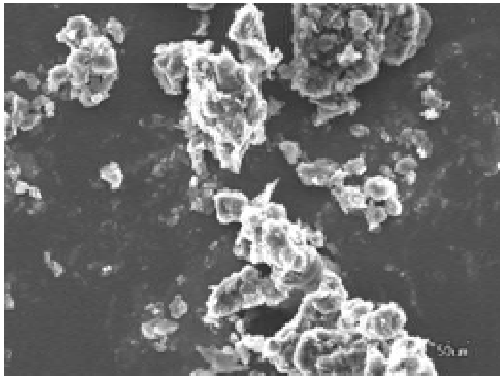


Fig.5 SEM images of the nano-material products using arc discharge experiment in superfluid liquid helium. Carbon nanomaterials cannot be discovered at all.

#### 4. まとめ

我々は低温液体中で、かつ強磁場中での放電実験にり、カーボンナノチューブの生成実験を行った。液体ヘリウム中放電でカーボンナノ物質生成条件とほぼ同等の条件で行ったが、残念ながら生成されたナノ物質は発見できなかった。これまでの我々の実験では、生成の重要なファクターとして放電時の電流値がある。できるだけ電流値を高く保つことが必要であり、強磁場中では電流が磁束に巻きつこうとし、結果として乱れ、電流密度が低くなった可能性がある。その点を考慮し、再実験へと繋げたいと考えている。

#### 参考文献

- [1] J. Kong, N. Franklin, C. Zhou, M. Chapline, S. Peng, K. Cho and H. Dai, *Science* **287** p.622 (2000).
- [2] C. Cantalini, L. Valentini, L. Lozzi, I. Armentano, J. Kenny and S. Santucci, *Sensors Actuators B* **93** p.333 (2003).
- [3] H. Kawasaki, T. Ohshima, Y. Yagyu, Y. Suda, *Transactions of the Materials Research Society of Japan*, **33** [3] p.655 (2008).
- [4] T. Shigematsu, H. Kawasaki, Y. Johno, T. Ohshima, Y. Yagyu, W. M. Guan and Y. Suda, *J. Plasma Fusion Res. SERIES*, **8**, p599 (2009).
- [5] K. Ong, K. Zeng and C. Grimes, *IEEE Sensors J.* **2** p.82 (2002).
- [6] N. Sano, J. Nakano and T. Kanki, *Carbon* **42**, pp. 686 (2004).
- [7] O. Varghese, P. Kichamber, D. Cong, K. Ong and C. Grimes, *Sensors Actuators B* **81** p.32 (2001).
- [8] J. Tamaki, J. Niimi, S. Ogura, S. Konishi, *Sensors and Actuators B*, 117, p.353 (2006).
- [9] J. Suehiro, K. Imasaka, Y. Ohshiro, G. Zhou, M. Hara and N. Sano, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **42** pp. L 1483 (2003).