

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[51] Int. Cl.  
C01B 31/02 (2006.01)  
B82B 3/00 (2006.01)

[21] 申请号 200710074699.6

[43] 公开日 2008 年 12 月 3 日

[11] 公开号 CN 101314464A

[22] 申请日 2007.6.1

[21] 申请号 200710074699.6

[71] 申请人 清华大学

地址 100084 北京市海淀区清华大学清华 -  
富士康纳米科技研究中心 310 号

共同申请人 鸿富锦精密工业(深圳)有限公司

[72] 发明人 刘长洪 范守善

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 2 页

[54] 发明名称

碳纳米管薄膜的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种碳纳米管薄膜的制备方法，包括以下步骤：提供一碳纳米管阵列形成于一基底；以及提供一施压装置挤压上述碳纳米管阵列，从而得到碳纳米管薄膜。所述的碳纳米管薄膜的制备方法可控制碳纳米管薄膜中碳纳米管为各向同性或沿一个或多个方向择优取向排列，方法简单，且制备的碳纳米管薄膜中碳纳米管分散均匀，具有较好的机械强度和韧度。

提供一碳纳米管阵列形成于一基底；

↓  
提供一施压装置挤压上述碳纳米管阵列，  
从而得到碳纳米管薄膜。

- 
1. 一种碳纳米管薄膜的制备方法，包括以下步骤：  
    提供一碳纳米管阵列形成于一基底；以及  
    提供一施压装置挤压上述碳纳米管阵列，从而得到碳纳米管薄膜。
  2. 如权利要求 1 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：所述的施压装置包括一压头。
  3. 如权利要求 2 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：进一步包括采用平面压头沿垂直于上述碳纳米管阵列生长的基底的方向挤压上述碳纳米管阵列，获得平面各向同性的碳纳米管薄膜。
  4. 如权利要求 2 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：进一步包括采用滚轴状压头沿某一固定方向碾压上述碳纳米管阵列，获得沿该固定方向择优取向的碳纳米管薄膜。
  5. 如权利要求 2 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：进一步包括采用滚轴状压头沿不同方向碾压上述碳纳米管阵列，获得沿不同方向择优取向的碳纳米管薄膜。
  6. 如权利要求 1 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：所述的碳纳米管阵列的制备方法包括以下步骤：  
    提供一平整基底，该基底可选用 P 型硅基底、N 型硅基底或形成有氧化层的硅基底；  
    在基底表面均匀形成一催化剂层，该催化剂层材料可选用铁（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）或其任意组合的合金之一；  
    将上述形成有催化剂层的基底在 700~900℃的空气中退火约 30 分钟~90 分钟；  
    将处理过的基底置于反应炉中，在保护气体环境下加热到 500~740℃，然后通入碳源气体反应约 5~30 分钟，生长得到碳纳米管阵列。
  7. 如权利要求 6 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：所述的碳纳米管阵列的高度大于 100 微米。
  8. 如权利要求 1 所述的碳纳米管薄膜的制备方法，其特征在于：所述的碳纳米管薄膜的厚度为 1 微米至 1 毫米。

## 碳纳米管薄膜的制备方法

### 技术领域

本发明涉及一种碳纳米管薄膜的制备方法。

### 背景技术

从 1991 年日本科学家 Iijima 首次发现碳纳米管 (Carbon Nanotube, CNT) 以来，以碳纳米管为代表的纳米材料以其独特的结构和性质引起了人们极大的关注。近几年来，随着碳纳米管及纳米材料研究的不断深入，其广阔应用前景不断显现出来。例如，由于碳纳米管所具有的独特的电磁学、光学、力学、化学性能等，大量有关其在场发射电子源、传感器、新型光学材料、软铁磁材料等领域的应用研究不断被报道。

碳纳米管薄膜是碳纳米管实际应用的一种重要形式。具体地，碳纳米管薄膜已被研究用作场发射源、光电和生物传感器、透明导电体、电池电极、吸波材料、水净化材料、发光材料等。这些应用研究的基础，是碳纳米管薄膜的制备技术。现有技术中，碳纳米管薄膜的制备除可通过直接生长法获得以外，还包括用碳纳米管粉末制备碳纳米管薄膜的方法。例如：溶剂点滴干燥法、L-B 膜法、印刷法、电泳法，以及滤膜法等。

然而，上述碳纳米管薄膜的制备方法的工序较为复杂、制备效率较低；同时，所制备的碳纳米管薄膜的韧性较差，容易破裂。

因此，确有必要提供一种碳纳米管薄膜的制备方法，该制备方法较为简单、效率较高，制备的碳纳米管薄膜具有很好的韧性和机械强度，方便大规模应用。

### 发明内容

下面将以实施例说明一种碳纳米管薄膜的制备方法，该制备方法较为简单、效率较高且制备的碳纳米管薄膜具有很好的韧性和机械强度。

一种碳纳米管薄膜的制备方法，包括以下步骤：提供一碳纳米管阵列形成于一基底；以及提供一施压装置挤压上述碳纳米管阵列，从而得到碳纳米

管薄膜。

所述的施压装置包括一压头。

进一步包括采用平面压头沿垂直于上述碳纳米管阵列生长的基底的方向挤压上述碳纳米管阵列，获得平面各向同性的碳纳米管薄膜。

进一步包括采用滚轴状压头沿某一固定方向碾压上述碳纳米管阵列，获得沿该固定方向择优取向的碳纳米管薄膜。

进一步包括采用滚轴状压头沿不同方向碾压上述碳纳米管阵列，获得不同方向择优取向的碳纳米管薄膜。

所述的碳纳米管阵列的制备方法包括以下步骤：提供一平整基底，该基底可选用P型硅基底、N型硅基底或形成有氧化层的硅基底；在基底表面均匀形成一催化剂层，该催化剂层材料可选用铁(Fe)、钴(Co)、镍(Ni)或其任意组合的合金之一；将上述形成有催化剂层的基底在700~900℃的空气中退火约30分钟~90分钟；将处理过的基底置于反应炉中，在保护气体环境下加热到500~740℃，然后通入碳源气体反应约5~30分钟，生长得到碳纳米管阵列。

所述的碳纳米管阵列的高度大于100微米。

所述的碳纳米管薄膜的厚度为1微米至1毫米。

与现有技术相比较，所述的碳纳米管薄膜采用施压装置直接施加压力于碳纳米管阵列的方式制备，方法简单。依据施加压力方式的不同可使碳纳米管薄膜中碳纳米管为各向同性或沿一个或多个方向择优取向排列。且，制备的碳纳米管薄膜中碳纳米管分散均匀，具有较好的机械强度和韧度。

#### 附图说明

图1是本发明实施例碳纳米管薄膜的制备方法的流程示意图。

图2是本发明实施例制备的碳纳米管薄膜的照片。

图3是本发明实施例制备的各向同性碳纳米管薄膜的扫描电镜照片。

图4是本发明实施例制备的择优取向碳纳米管薄膜的扫描电镜照片。

#### 具体实施方式

以下将结合附图详细说明本实施例碳纳米管薄膜的制备方法。

请参阅图 1，本实施例碳纳米管薄膜的制备方法主要包括以下步骤：

步骤一：提供一碳纳米管阵列形成于一基底，优选地，该阵列为超顺排碳纳米管阵列。

本实施例中，碳纳米管阵列的制备方法采用化学气相沉积法，其具体步骤包括：(a) 提供一平整基底，该基底可选用 P 型或 N 型硅基底，或选用形成有氧化层的硅基底，本实施例优选为采用 4 英寸的硅基底；(b) 在基底表面均匀形成一催化剂层，该催化剂层材料可选用铁 (Fe)、钴 (Co)、镍 (Ni) 或其任意组合的合金之一；(c) 将上述形成有催化剂层的基底在 700~900℃ 的空气中退火约 30 分钟~90 分钟；(d) 将处理过的基底置于反应炉中，在保护气体环境下加热到 500~740℃，然后通入碳源气体反应约 5~30 分钟，生长得到碳纳米管阵列，其高度大于 100 微米。该碳纳米管阵列为多个彼此平行且垂直于基底生长的碳纳米管形成的纯碳纳米管阵列。通过上述控制生长条件，该超顺排碳纳米管阵列中基本不含有杂质，如无定型碳或残留的催化剂金属颗粒等。本实施例中碳源气可选用乙炔等化学性质较活泼的碳氢化合物，保护气体可选用氮气、氨气或惰性气体。可以理解的是，本实施例提供的碳纳米管阵列不限于上述制备方法。

步骤二：提供一施压装置挤压上述碳纳米管阵列，从而得到碳纳米管薄膜。

该施压装置能施加一定的压力于上述碳纳米管阵列，碳纳米管会在压力的作用下倾倒形成自支撑的碳纳米管薄膜。请参阅图 2，为本发明实施例制备的碳纳米管薄膜的宏观照片，该碳纳米管薄膜的直径为 10 厘米。本实施例中，施压装置包括一压头，压头表面光滑，压头的形状及挤压方向决定制备的碳纳米管薄膜中碳纳米管的排列。具体地，当采用平面压头沿垂直于上述碳纳米管阵列生长的基底的方向挤压上述碳纳米管阵列时，可获得包括平面各向同性排列的碳纳米管的碳纳米管薄膜(请参阅图 3)；当采用滚轴状压头沿某一固定方向碾压上述碳纳米管阵列时，可获得碳纳米管沿该固定方向择优取向的碳纳米管薄膜(请参阅图 4)；当采用滚轴状压头沿不同方向碾压上述碳纳米管阵列时，可获得碳纳米管沿不同方向择优取向的碳纳米管薄膜。

可以理解，当采用上述不同方式挤压碳纳米管阵列时，碳纳米管会在压

---

力的作用下倾倒，并与相邻的碳纳米管通过范德华力相互吸引、连接形成择优取向或各向同性的自支撑的碳纳米管薄膜。另外，在压力的作用下，碳纳米管会从生长的基底分离，从而使得制备得到的碳纳米管薄膜容易与基底脱离。

本技术领域技术人员应明白，上述碳纳米管的倾倒程度（倾角）与压力的大小有关，压力越大，倾角越大。制备的碳纳米管薄膜的厚度取决于碳纳米管阵列的高度和压力大小。碳纳米管阵列的高度越大而施加的压力越小，则制备的碳纳米管薄膜的厚度越大；反之，碳纳米管阵列的高度越小而施加的压力越大，则制备的碳纳米管薄膜的厚度越小。本实施例中，制备的碳纳米管薄膜的厚度为1微米~1毫米。

另外，本实施例通过施压装置直接施压于碳纳米管阵列制备碳纳米管薄膜的方法，由于碳纳米管阵列中碳纳米管生长均匀，因而可使得碳纳米管在制备的碳纳米管薄膜中分散均匀，具有较好的机械强度和韧性。

本实施例碳纳米管薄膜采用施压装置直接施加压力于碳纳米管阵列的方式制备，方法简单。依据施加压力方式的不同可使碳纳米管薄膜中碳纳米管为各向同性或沿一个或多个方向择优取向排列。且，制备的碳纳米管薄膜中碳纳米管分散均匀，具有较好的机械强度和韧度。

另外，本领域技术人员还可在本发明精神内作其它变化，当然这些依据本发明精神所作的变化，都应包含在本发明所要求保护的范围内。

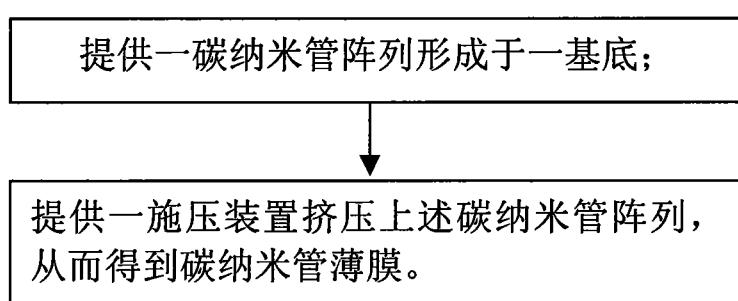


图 1

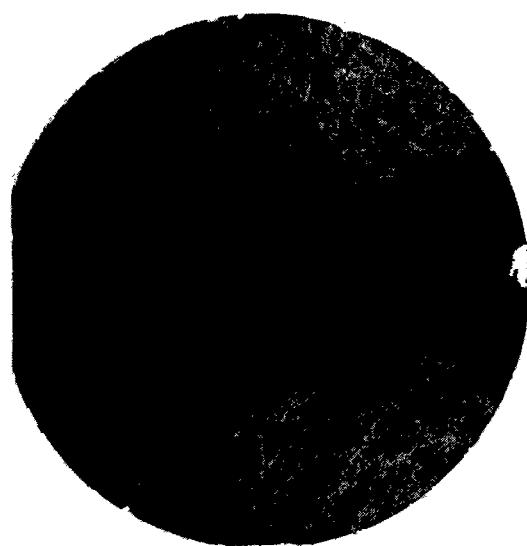


图 2

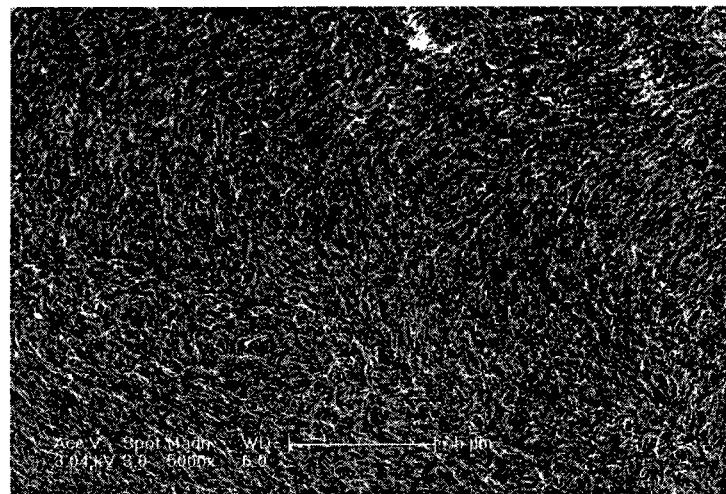


图 3

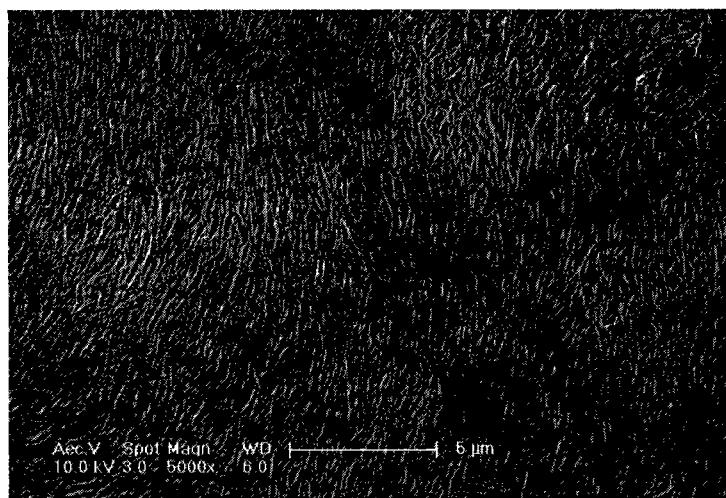


图 4