

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5363260号
(P5363260)

(45) 発行日 平成25年12月11日(2013.12.11)

(24) 登録日 平成25年9月13日(2013.9.13)

(51) Int.Cl. F I
C O 1 B 31/02 (2006.01) C O 1 B 31/02 I O 1 F

請求項の数 3 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2009-225168 (P2009-225168)	(73) 特許権者	598098331
(22) 出願日	平成21年9月29日 (2009.9.29)		ツインファ ユニバーシティ
(65) 公開番号	特開2010-83755 (P2010-83755A)		中華人民共和国 ベイジン 100084
(43) 公開日	平成22年4月15日 (2010.4.15)		, ハイダン ディストリクト
審査請求日	平成21年9月29日 (2009.9.29)	(73) 特許権者	500080546
(31) 優先権主張番号	200810216587.4		鴻海精密工業股▲ふん▼有限公司
(32) 優先日	平成20年9月30日 (2008.9.30)		台湾新北市土城區中山路66號
(33) 優先権主張国	中国 (CN)	(74) 代理人	100108453
			弁理士 村山 靖彦
		(74) 代理人	100064908
			弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100089037
			弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100110364
			弁理士 実広 信哉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボンナノチューブ複合材料及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

複数のカーボンナノチューブを含む自立構造を有するカーボンナノチューブ構造体と、
複数のナノ粒子と、を含み、

前記複数のカーボンナノチューブは相互に接続され、且つ配向して配置されており、

前記複数のナノ粒子は均一に前記カーボンナノチューブ構造体に分散されており、前記
複数のナノ粒子は、それぞれ前記カーボンナノチューブ構造体におけるカーボンナノチュ
ーブの表面に接着されていることを特徴とするCNT複合材料。

【請求項2】

前記複数のカーボンナノチューブは同じ方向に沿って、分子間力で端と端が接続されて
いることを特徴とする、請求項1に記載のCNT複合材料。

10

【請求項3】

複数のカーボンナノチューブを含む自立構造を有するカーボンナノチューブ構造体を提
供する第一ステップと、

複数のナノ粒子を含む予備材料を提供する第二ステップと、

前記複数のナノ粒子を前記カーボンナノチューブ構造体に分散させて、CNT複合材料
を得る第三ステップと、

を含み、

前記複数のカーボンナノチューブは配向して配置されており、

前記第三ステップは、前記複数のナノ粒子が分散された溶液に、前記カーボンナノチュ

20

ーブ構造体を浸漬させる第一サブステップと、前記溶液を除去させて、前記溶液に分散された前記複数のナノ粒子は前記カーボンナノチューブ構造体に接着される第二サブステップと、を含むことを特徴とするCNT複合材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、カーボンナノチューブ(CNT)複合材料及びその製造方法に関し、特にCNT複合材料及びその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

カーボンナノチューブ(CNT)は、ナノテクノロジー分野で注目されている材料の一つであり、21世紀における重要な新素材の1つとなることが期待されている。CNTは、グラフェンシートを丸めた直径がナノメートルサイズの円筒状構造を持ち、炭素原子の6員環と5員環により構成されている。また、CNTは、機械・電気・熱特性に優れていることから、エレクトロニクス、バイオ、エネルギー、複合材料等、広範な分野での応用が期待されている。

【0003】

1991年に発見されて以来、CNTをフィラーとした高分子基複合材料(CNT/Polymer複合材料)の機械、熱、電気特性の向上を目的とした研究が盛んに行われている(非特許文献1及び非特許文献2を参照)。従来のCNT複合材料は複数のカーボンナノチューブ及びポリマー粒子を含む。該CNT複合材料をスーパーコンデンサ、太陽電池電極に利用した場合、充放電により、前記ポリマー粒子の体積が収縮又は拡大するという現象がある。前記現象が発生する場合、カーボンナノチューブは中空の構造を有するので、前記CNT複合材料の体積の収縮又は拡大を緩和することができる。さらに、カーボンナノチューブは良好な導電性を有するので、前記CNT複合材料は良好な導電性及び高い比電気容量(200ファラッド/グラム)を有する。前記CNT複合材料の製造方法は、カーボンナノチューブを硫酸又は硝酸のような強酸及び界面活性剤に分散させた後、ポリマー材料と電気化学的に作用させ、電極に前記CNT複合材料を形成することができる。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0004】

【非特許文献1】Ajjayan P.M., Stephan O., Collie x C., Tranth D., Science、1994年、第265巻、p.1212-1215

【非特許文献2】Calvert P., Nature、1999年、第399巻、p.210-211

【非特許文献3】Kaili Jiang、Qunqing Li、Shoushan Fan、“Spinning continuous carbon nanotube yarns”、Nature、2002年、第419巻、p.801

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、強酸はカーボンナノチューブに損傷を与え、前記CNT複合材料に残留した界面活性剤を除去し難いので、前記CNT複合材料の品質が低くなるという課題がある。また、カーボンナノチューブをポリマー材料に充填する際、カーボンナノチューブは比表面積が非常に大きいことから凝集しやすく、ポリマー材料に均一分散させる事が非常に困難であるため、予測されている特性は必ずしも得られていないという課題もある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

10

20

30

40

50

従って、前記課題を解決するために、本発明はCNT複合材料及びその製造方法を提供する。

【0007】

本発明のCNT複合材料は、複数のカーボンナノチューブを含むカーボンナノチューブ構造体と、複数のナノ粒子と、を含む。ここで、前記複数のカーボンナノチューブは相互に接続されている。前記複数のナノ粒子は均一に前記カーボンナノチューブ構造体に分散されている。

【0008】

前記カーボンナノチューブ構造体は自立構造を有する。

【0009】

前記複数のナノ粒子は、それぞれ前記カーボンナノチューブ構造体におけるカーボンナノチューブの表面に接着されている。

【0010】

本発明のCNT複合材料の製造方法は、複数のカーボンナノチューブを含むカーボンナノチューブ構造体を提供する第一ステップと、複数のナノ粒子を含む予備材料を提供する第二ステップと、前記複数のナノ粒子を前記カーボンナノチューブ構造体に分散させて、CNT複合材料を得る第三ステップと、を含む。

【0011】

前記第三ステップは、前記ナノ粒子が分散された溶液に、前記カーボンナノチューブ構造体を浸漬させる第一サブステップと、前記カーボンナノチューブ構造体を、所定の温度の環境に置いて、前記溶液を除去させる第二サブステップと、を含む。

【発明の効果】

【0012】

従来の技術と比べて、本発明のCNT複合材料の製造方法は簡単であり、コストが低いという優れた点がある。また、本発明の製造方法において、高温でカーボンナノチューブ構造体を加工させることが必要でないので、カーボンナノチューブ構造体が損傷することができない。また、本発明の製造方法により、カーボンナノチューブの凝集を防止することができる。本発明のCNT複合材料はカーボンナノチューブ構造体を有するので、前記CNT複合材料は、良好な機械強度及び強靱性を有する。また、本発明のCNT複合材料において、カーボンナノチューブが均一に配列されているので、CNT複合材料の比電気容量を非常に高めることができる。また、本発明のカーボンナノチューブ構造体は良好な柔軟性を有するので、本発明のCNT複合材料を任意な形状に形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】本発明のCNT複合材料の模式図である。

【図2】本発明のカーボンナノチューブフィルムの走査型電子顕微鏡写真である。

【図3】本発明の綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムの走査型電子顕微鏡写真である。

【図4】ろ過された綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体の写真である。

【図5】本発明のカーボンナノチューブが等方的に配列されたカーボンナノチューブフィルムの走査型電子顕微鏡写真である。

【図6】本発明のカーボンナノチューブが同じ方向に沿って配列されたカーボンナノチューブフィルムの走査型電子顕微鏡写真である。

【図7】本発明のCNT複合材料の製造方法のフローチャートである。

【発明を実施するための形態】

【0014】

以下、図面を参照して、本発明の実施例について説明する。

【0015】

図1を参照すると、本実施例のCNT複合材料10は、カーボンナノチューブ構造体(図示せず)と、複数のナノ粒子12と、を含む。前記カーボンナノチューブ構造体は、相

10

20

30

40

50

互に接続された複数のカーボンナノチューブ11を含む。前記複数のナノ粒子12及び複数のカーボンナノチューブ11は、均一に前記CNT複合材料10に分散されている。

【0016】

前記CNT複合材料10は複数の微孔20を有する。前記微孔20は、隣接する前記カーボンナノチューブ11の間の隙間、前記カーボンナノチューブ11及び前記ナノ粒子12の間の隙間、又は隣接する前記ナノ粒子12の間の隙間である。前記微孔20の長さ及び幅は、それぞれ0.3nm~5nmである。

【0017】

前記複数のカーボンナノチューブ11は、前記カーボンナノチューブ構造体に形成されている。前記カーボンナノチューブ構造体に、前記複数のカーボンナノチューブが配向し又は配向せずに配置されている。前記複数のカーボンナノチューブの配列方式により、前記カーボンナノチューブ構造体は非配向型のカーボンナノチューブ構造体及び配向型のカーボンナノチューブ構造体の二種に分類される。本実施例における非配向型のカーボンナノチューブ構造体では、カーボンナノチューブが異なる方向に沿って配置され、又は絡み合っている。配向型のカーボンナノチューブ構造体では、前記複数のカーボンナノチューブが同じ方向に沿って配列している。又は、配向型のカーボンナノチューブ構造体において、配向型のカーボンナノチューブ構造体が二つ以上の領域に分割される場合、各々の領域における複数のカーボンナノチューブが同じ方向に沿って配列されている。この場合、異なる領域におけるカーボンナノチューブの配列方向は異なる。

【0018】

前記カーボンナノチューブ構造体は、自立構造の薄膜の形状に形成されている。ここで、自立構造は、支持体材を利用せず、前記カーボンナノチューブ構造体を独立して利用することができるという形態である。前記カーボンナノチューブは、単層カーボンナノチューブ、二層カーボンナノチューブ又は多層カーボンナノチューブである。前記カーボンナノチューブが単層カーボンナノチューブである場合、直径は0.5nm~50nmに設定され、前記カーボンナノチューブが二層カーボンナノチューブである場合、直径は1nm~50nmに設定され、前記カーボンナノチューブが多層カーボンナノチューブである場合、直径は1.5nm~50nmに設定される。

【0019】

本発明のカーボンナノチューブ構造体としては、以下の(一)~(三)のものが挙げられる。

【0020】

(一) ドローン構造カーボンナノチューブフィルム

前記カーボンナノチューブ構造体は、図2に示す、少なくとも一枚のカーボンナノチューブフィルムを含む。このカーボンナノチューブフィルムはドローン構造カーボンナノチューブフィルム(drawn carbon nanotube film)である。前記カーボンナノチューブフィルムは、超配列カーボンナノチューブアレイ(非特許文献3を参照)から引き出して得られたものである。図2を参照すると、単一の前記カーボンナノチューブフィルムにおいて、複数のカーボンナノチューブが同じ方向に沿って、端と端が接続されている。即ち、単一の前記カーボンナノチューブフィルムは、分子間力で長さ方向端部同士が接続された複数のカーボンナノチューブを含む。さらに、単一の前記カーボンナノチューブフィルムは、複数のカーボンナノチューブセグメントを含む。前記複数のカーボンナノチューブセグメントは、長さ方向に沿って分子間力で端と端が接続されている。それぞれのカーボンナノチューブセグメントは、相互に平行に、分子間力で結合された複数のカーボンナノチューブを含む。単一の前記カーボンナノチューブセグメントにおいて、前記複数のカーボンナノチューブの長さが同じである。前記カーボンナノチューブフィルムを有機溶剤に浸漬させることにより、前記カーボンナノチューブフィルムの強靱性及び機械強度を高めることができる。有機溶剤に浸漬された前記カーボンナノチューブフィルムの単位面積当たりの熱容量が低くなるので、その熱音響効果を高めることができる。前記カーボンナノチューブフィルムの幅は100µm~10cmに設けられ、厚さ

10

20

30

40

50

は $0.5 \text{ nm} \sim 100 \text{ }\mu\text{m}$ に設けられる。

【0021】

前記カーボンナノチューブ構造体は、積層された複数の前記カーボンナノチューブフィルムを含むことができる。この場合、隣接する前記カーボンナノチューブフィルムは、分子間力で結合されている。隣接する前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブは、それぞれ $0^\circ \sim 90^\circ$ の角度で交差している。隣接する前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブが 0° 以上の角度で交差する場合、前記カーボンナノチューブ構造体に複数の微孔が形成される。又は、前記複数のカーボンナノチューブフィルムは、隙間なく並列されることもできる。

【0022】

前記カーボンナノチューブフィルムの製造方法は次のステップを含む。

【0023】

第一ステップでは、カーボンナノチューブアレイを提供する。該カーボンナノチューブアレイは、超配列カーボンナノチューブアレイ (Super aligned array of carbon nanotubes, 非特許文献3を参照) であり、該超配列カーボンナノチューブアレイの製造方法は、化学気相堆積法を採用する。該製造方法は、次のステップを含む。ステップ (a) では、平らな基材を提供し、該基材はP型のシリコン基材、N型のシリコン基材及び酸化層が形成されたシリコン基材のいずれか一種である。本実施例において、4インチのシリコン基材を選択することが好ましい。ステップ (b) では、前記基材の表面に、均一的に触媒層を形成する。該触媒層の材料は鉄、コバルト、ニッケル及びその2種以上の合金のいずれか一種である。ステップ (c) では、前記触媒層が形成された基材を $700 \sim 900$ の空気中 $30 \text{ 分} \sim 90 \text{ 分}$ 間アニーリングする。ステップ (d) では、アニーリングされた基材を反応炉に置き、保護ガスで $500 \sim 740$ の温度で加熱した後で、カーボンを含むガスを導入して、 $5 \text{ 分} \sim 30 \text{ 分}$ 間反応を行って、超配列カーボンナノチューブアレイ (Super aligned array of carbon nanotubes, 非特許文献3) を成長させることができる。該カーボンナノチューブアレイの高さは 100 マイクロメートル以上である。該カーボンナノチューブアレイは、互いに平行し、基材に垂直するように生長する複数のカーボンナノチューブからなる。該カーボンナノチューブは、長さが長いこと、部分的にカーボンナノチューブが互いに絡み合っている。生長の条件を制御することによって、前記カーボンナノチューブアレイは、例えば、アモルファスカーボン及び残存する触媒である金属粒子などの不純物を含まなくなる。

【0024】

本実施例において、前記カーボンを含むガスとしては例えば、アセチレン、エチレン、メタンなどの活性な炭化水素が選択され、エチレンを選択することが好ましい。保護ガスは窒素ガスまたは不活性ガスであり、アルゴンガスが好ましい。

【0025】

本実施例から提供されたカーボンナノチューブアレイは、前記の製造方法により製造されることに制限されず、アーク放電法またはレーザー蒸発法で製造してもいい。

【0026】

第二ステップでは、前記カーボンナノチューブアレイから、少なくとも、一枚のカーボンナノチューブフィルムを引き伸ばす。まず、ピンセットなどの工具を利用して複数のカーボンナノチューブの端部を持つ。例えば、一定の幅を有するテープを利用して複数のカーボンナノチューブの端部を持つ。次に、所定の速度で前記複数のカーボンナノチューブを引き出し、複数のカーボンナノチューブセグメントからなる連続のカーボンナノチューブフィルムを形成する。

【0027】

前記複数のカーボンナノチューブを引き出す工程において、前記複数のカーボンナノチューブがそれぞれ前記基材から脱離すると、分子間力で前記カーボンナノチューブセグメントが端と端で接合され、連続のカーボンナノチューブフィルムが形成される。

10

20

30

40

50

【0028】

(二)綿毛構造カーボンナノチューブフィルム

前記カーボンナノチューブ構造体は、少なくとも一枚のカーボンナノチューブフィルムを含む。このカーボンナノチューブフィルムは綿毛構造カーボンナノチューブフィルム (flocculated carbon nanotube film) である。図3に示すように、単一の前記カーボンナノチューブフィルムにおいて、複数のカーボンナノチューブは、絡み合い、等方的に配列されている。前記カーボンナノチューブ構造体においては、前記複数のカーボンナノチューブが均一に分布されている。複数のカーボンナノチューブは配向せずに配置されている。単一の前記カーボンナノチューブの長さは、100nm以上であり、100nm~10cmであることが好ましい。前記カーボンナノチューブ構造体は、自立構造の薄膜の形状に形成されている。ここで、自立構造は、支持体材を利用せず、前記カーボンナノチューブ構造体を独立して利用することができるという形態である。前記複数のカーボンナノチューブは、分子間力で接近して、相互に絡み合っており、カーボンナノチューブネット状に形成されている。前記複数のカーボンナノチューブは配向せずに配置されて、多くの微小な穴が形成されている。ここで、単一の前記微小な穴の直径が10μm以下になる。前記カーボンナノチューブ構造体におけるカーボンナノチューブは、相互に絡み合っており配置されるので、該カーボンナノチューブ構造体は柔軟性に優れ、任意の形状に湾曲して形成させることができる。用途に応じて、前記カーボンナノチューブ構造体の長さ及び幅を調整することができる。前記カーボンナノチューブ構造体の厚さは、0.5nm~1mmである。

10

20

【0029】

前記カーボンナノチューブフィルムの製造方法は、下記のステップを含む。

【0030】

第一ステップでは、カーボンナノチューブ原料(綿毛構造カーボンナノチューブフィルム)の素になるカーボンナノチューブを提供する。

【0031】

ナイフのような工具で前記カーボンナノチューブを前記基材から剥離し、カーボンナノチューブ原料が形成される。前記カーボンナノチューブは、ある程度互いに絡み合っている。前記カーボンナノチューブの原料においては、該カーボンナノチューブの長さは、100マイクロメートル以上であり、10マイクロメートル以上であることが好ましい。

30

【0032】

第二ステップでは、前記カーボンナノチューブ原料を溶剤に浸漬し、該カーボンナノチューブ原料を処理して、綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を形成する。

【0033】

前記カーボンナノチューブ原料を前記溶剤に浸漬した後、超音波式分散、又は高強度攪拌又は振動などの方法により、前記カーボンナノチューブを綿毛構造に形成させる。前記溶剤は水または揮発性有機溶剤である。超音波式分散方法により、カーボンナノチューブを含む溶剤に対して10~30分間処理する。カーボンナノチューブは大きな比表面積を有し、カーボンナノチューブの間に大きな分子間力が生じるので、前記カーボンナノチューブはそれぞれもつれて、綿毛構造に形成されている。

40

【0034】

第三ステップでは、前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を含む溶液をろ過して、最終的な綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を取り出す。

【0035】

まず、濾紙が置かれたファネルを提供する。前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を含む溶剤を濾紙が置かれたファネルにつぎ、しばらく放置して、乾燥させると、綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体が分離される。図4を参照すると、前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体におけるカーボンナノチューブが互いに絡み合っており、不規則的な綿毛構造となる。

【0036】

50

分離された前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を容器に置き、前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を所定の形状に展開し、展開された前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体に所定の圧力を加え、前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体に残留した溶剤を加熱するか、或いは、該溶剤が自然に蒸発すると、図3に示す綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムが形成される。

【0037】

前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体が展開される面積によって、綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムの厚さと面密度を制御できる。即ち、一定の体積を有する前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体は、展開される面積が大きくなるほど、綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムの厚さと面密度が小さくなる。

10

【0038】

また、微多孔膜とエアポンプファネル (Air - pumping Funnel) を利用して綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムが形成される。具体的には、微多孔膜とエアポンプファネルを提供し、前記綿毛構造のカーボンナノチューブ構造体を含む溶剤を、前記微多孔膜を通して前記エアポンプファネルにつき、該エアポンプファネルに抽気し、乾燥させると、綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムが形成される。前記微多孔膜は、平滑な表面を有する。該微多孔膜において、単一の微小孔の直径は、0.22マイクロメートルにされている。前記微多孔膜は平滑な表面を有するので、前記カーボンナノチューブフィルムは容易に前記微多孔膜から剥落することができる。さらに、前記エアポンプを利用することにより、前記綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムに空気圧をかけるので、均一な綿毛構造のカーボンナノチューブフィルムを形成させることができる。

20

【0039】

(三) プレシッド構造カーボンナノチューブフィルム

前記カーボンナノチューブ構造体は、少なくとも一枚のカーボンナノチューブフィルムを含む。このカーボンナノチューブフィルムは、プレシッド構造カーボンナノチューブフィルム (pressed carbon nanotube film) である。前記カーボンナノチューブフィルムは、図5又は図6に示される。単一の前記カーボンナノチューブフィルムにおける複数のカーボンナノチューブは、等方的に配列されているか、所定の方向に沿って配列されているか、または、異なる複数の方向に沿って配列されている。前記カーボンナノチューブフィルムは、押し器具を利用することにより、所定の圧力をかけて前記カーボンナノチューブアレイを押し、該カーボンナノチューブアレイを圧力で倒すことにより形成された、シート状の自立構造を有するものである。前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブの配列方向は、前記押し器具の形状及び前記カーボンナノチューブアレイを押し方向により決められている。

30

【0040】

図5を参照すると、単一の前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブが配向せずに配置される。該カーボンナノチューブフィルムは、等方的に配列されている複数のカーボンナノチューブを含む。隣接するカーボンナノチューブが分子間力で相互に引き合い、接続する。該カーボンナノチューブ構造体が平面等方性を有する。該カーボンナノチューブフィルムは、平面を有する押し器具を利用して、カーボンナノチューブアレイが成長された基板に垂直な方向に沿って前記カーボンナノチューブアレイを押しすることにより形成される。

40

【0041】

図6を参照すると、単一の前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブが配向して配列される。該カーボンナノチューブフィルムは、同じ方向に沿って配列された複数のカーボンナノチューブを含む。ローラー形状を有する押し器具を利用して、同じ方向に沿って前記カーボンナノチューブアレイを同時に押す場合、基本的に同じ方向に配列されるカーボンナノチューブを含むカーボンナノチューブフィルムが形成される。また、ローラー形状を有する押し器具を利用して、異なる方向に沿って、前記カーボン

50

ナノチューブアレイを同時に押す場合、前記異なる方向に沿って、選択的な方向に配列されるカーボンナノチューブを含むカーボンナノチューブフィルムが形成される。

【0042】

前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブの傾斜の程度は、前記カーボンナノチューブアレイにかけた圧力に関係する。前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブと該カーボンナノチューブフィルムの表面とは、角度を成し、該角度は 0° 以上 15° 以下である。好ましくは、前記カーボンナノチューブフィルムにおけるカーボンナノチューブが該カーボンナノチューブフィルムの表面に平行する。前記圧力が大きくなるほど、前記傾斜の程度が大きくなる。前記カーボンナノチューブフィルムの厚さは、前記カーボンナノチューブアレイの高さ及び該カーボンナノチューブアレイにかけた圧力に関係する。即ち、前記カーボンナノチューブアレイの高さが大きくなるほど、また、該カーボンナノチューブアレイにかけた圧力が小さくなるほど、前記カーボンナノチューブフィルムの厚さが大きくなる。これとは逆に、カーボンナノチューブアレイの高さが小さくなるほど、また、該カーボンナノチューブアレイにかけた圧力が大きくなるほど、前記カーボンナノチューブフィルムの厚さが小さくなる。

10

【0043】

前記カーボンナノチューブ構造体において、前記複数のナノ粒子12はカーボンナノチューブ11の表面に接着されている。前記カーボンナノチューブ構造体は複数のカーボンナノチューブフィルムを含む場合、前記複数のナノ粒子12は前記複数のカーボンナノチューブフィルムの中に分散されていることができる。前記複数のナノ粒子12は別々に分離できるが、相互に接触することもできる。

20

【0044】

前記ナノ粒子12は、ナノファイバ、ナノチューブ、ナノ棒体、ナノ球体、ナノワイヤなどのいずれか一種である。前記ナノ粒子12は、金属、非金属（カーボンやダイヤモンドなど）、合金（マグネシウム合金、アルミニウム合金、及びそれらの組み合わせ）、金属酸化物（酸化銅、酸化亜鉛など）、ポリマー又はその混合物である。前記ナノ粒子12の直径は、 $0.3\text{ nm} \sim 500\text{ nm}$ である。前記CNT複合材料10におけるナノ粒子12の重量比は、 $0.01\% \text{ wt} \sim 99\% \text{ wt}$ である。

【0045】

図7を参照すると、前記CNT複合材料10の製造方法について説明する。前記CNT複合材料10の製造方法は、複数のカーボンナノチューブ11を含むカーボンナノチューブ構造体を提供する第一ステップと、複数のナノ粒子12を含む予備材料を提供する第二ステップと、前記複数のナノ粒子12を前記カーボンナノチューブ構造体に分散させて、CNT複合材料10を得る第三ステップと、を含む。

30

【0046】

前記第一ステップにおいて、前記カーボンナノチューブ構造体は少なくとも一枚のカーボンナノチューブフィルムを含む。前記カーボンナノチューブフィルムは、ドローン構造カーボンナノチューブフィルム、綿毛構造カーボンナノチューブフィルム又はプレシッド構造カーボンナノチューブフィルムである。前記カーボンナノチューブフィルムの製造方法は、上述の通りである。

40

【0047】

前記カーボンナノチューブ構造体は良好な導電性を有するので、前記CNT複合材料10は、電極、センサー、遮蔽材料として利用できる。さらに、前記CNT複合材料10は比表面積が高く、吸付性が高い多孔の構造であるので、前記CNT複合材料10は触媒の基材として利用できる。

【0048】

前記第二ステップにおいて、前記ナノ粒子の予備材料は液体又は気体である。前記ナノ粒子の予備材料は溶液である場合、ナノ粒子材料を、水、酸性溶液又は有機溶液に入れて成ったものである。前記ナノ粒子材料は、金属、非金属（カーボンやダイヤモンドなど）、合金（マグネシウム合金、アルミニウム合金、及びそれらの組み合わせ）、金属酸化物

50

(酸化銅、酸化亜鉛など)、ポリマー又はその混合物である。前記ナノ粒子の予備材料は気体である場合、化学反応により前記ナノ粒子材料を気化させて形成することができる。

【0049】

前記第三ステップにおいて、前記ナノ粒子の予備材料の状態に対応して、異なる方法により前記ナノ粒子12を前記カーボンナノチューブ11の表面に接着させることができる。本実施例において、前記ナノ粒子12を前記カーボンナノチューブ11の表面に接着させる方法は、前記ナノ粒子12が分散された溶液に、前記カーボンナノチューブ構造体を浸漬させる第一サブステップと、前記カーボンナノチューブ構造体を、所定の温度の環境に置いて、前記溶液を除去させる第二サブステップと、を含む。

【0050】

前記第一サブステップにおいて、前記ナノ粒子12が分散された溶液を、前記カーボンナノチューブ構造体の表面に滴らせることができる。さらに、前記溶液を前記カーボンナノチューブ構造体にスパッターさせることができる。前記第二サブステップにおいて、前記カーボンナノチューブ構造体は接着性を有するので、前記溶液に分散された前記ナノ粒子12は前記カーボンナノチューブ構造体に接着される。

【符号の説明】

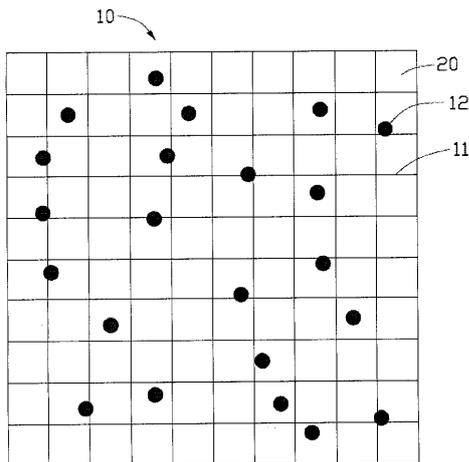
【0051】

- 10 CNT複合材料
- 11 カーボンナノチューブ
- 12 ナノ粒子
- 20 微孔

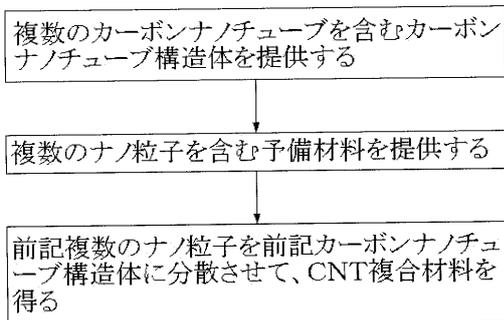
10

20

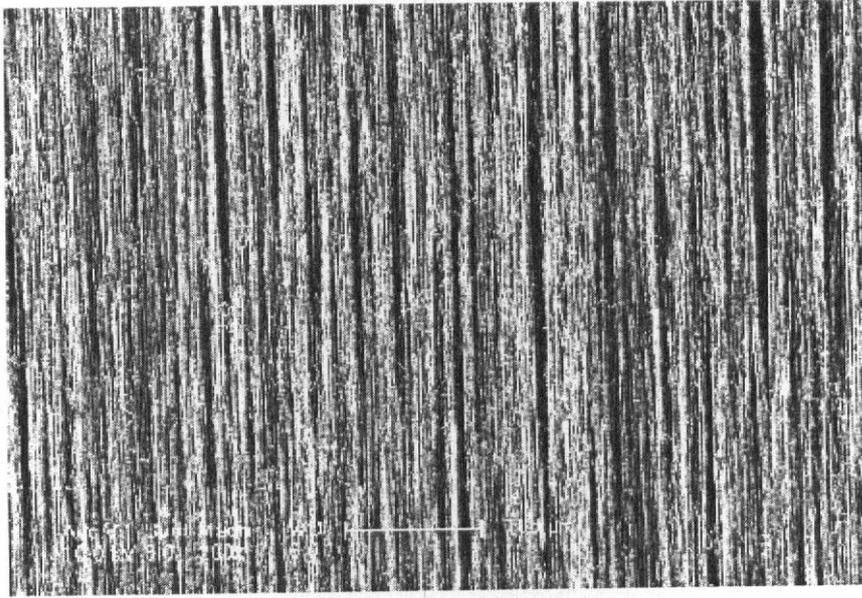
【図1】



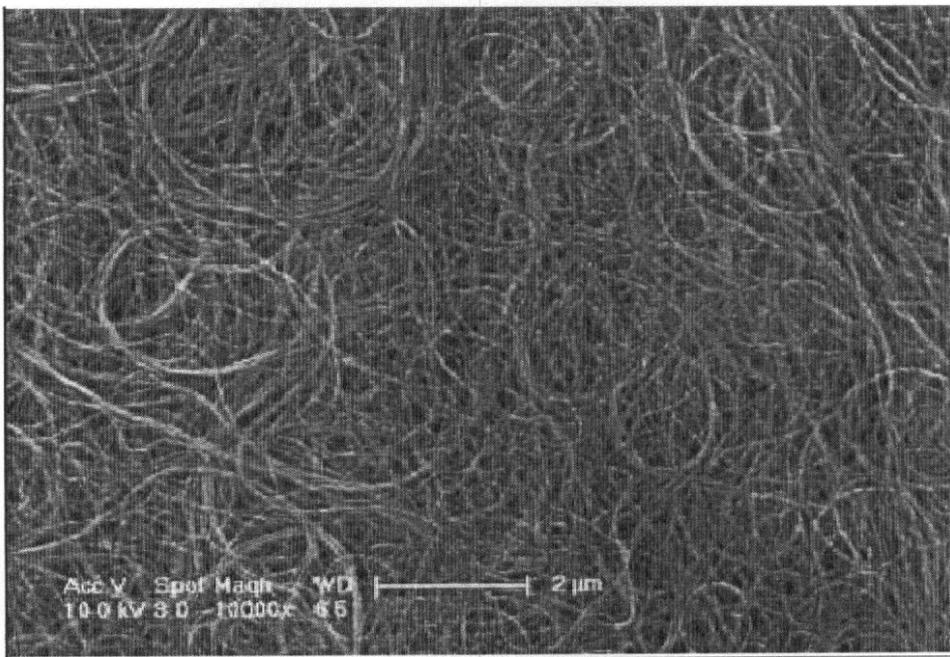
【図7】



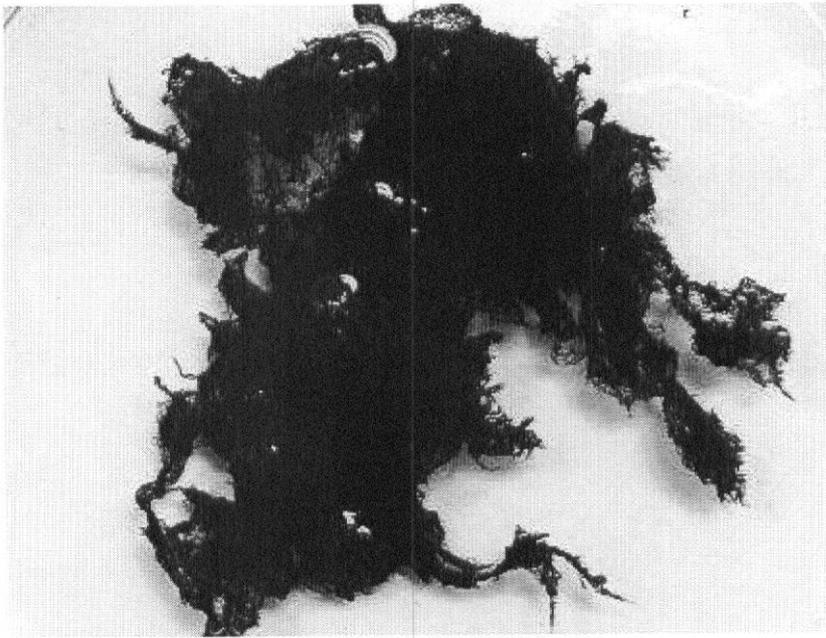
【 図 2 】



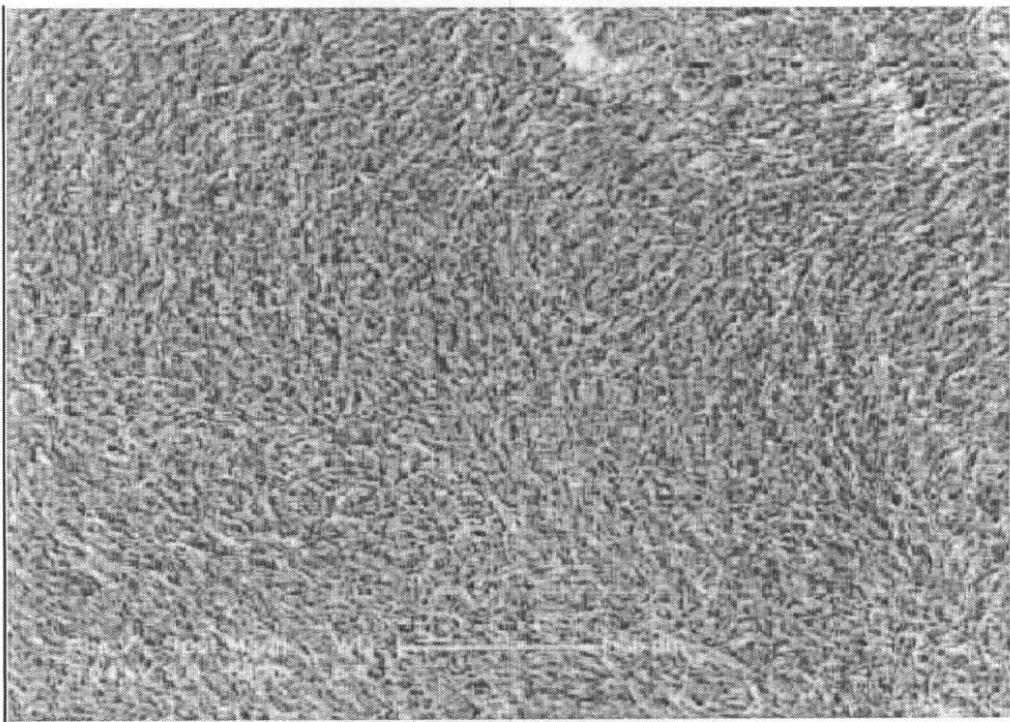
【 図 3 】



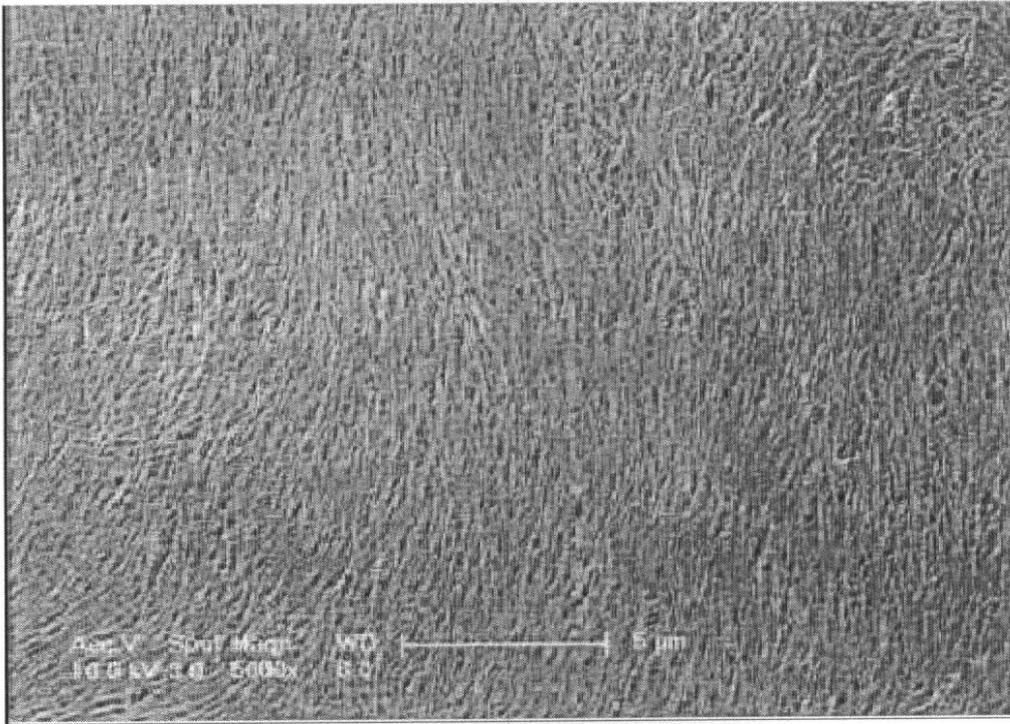
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

- (72)発明者 ハン 守善
中華人民共和国北京市海淀区清華園一号
- (72)発明者 姜 開利
中華人民共和国北京市海淀区清華園一号
- (72)発明者 劉 亮
中華人民共和国北京市海淀区清華園一号

審査官 浅野 裕之

- (56)参考文献 特開2010-064925(JP,A)
特開2004-059409(JP,A)
国際公開第2005/029528(WO,A1)
米国特許出願公開第2005/0157445(US,A1)
米国特許出願公開第2004/0053780(US,A1)
SUN,Y. et al, Single-Walled Carbon Nanotubes Modified with Pd Nanoparticles: Unique Building Blocks for High-Performance, Flexible Hydrogen Sensors, The Journal of Physical Chemistry C, 2008年 1月 4日, Vol.112, p.1250-1259
- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C01B 31/00~31/02
JSTPlus(JDreamIII)