

# 炭化水素の熱分解を利用したウニ状炭素粒子の作製とその評価

(岐阜大学院・自然科学技術) ○河合克真、隈部和弘、屋代如月、内藤圭史

**【緒言】** 射出成型により生産される短繊維強化複合材料は、成型時に繊維が配向するため、異方性を持つ。そのため、繊維の配向方向と異なる方向には強化効果は得られない。本研究では、各方向に強度向上が期待できる材料として、ウニ状炭素粒子の作製を試みた。過去には江頭ら<sup>1)</sup>が熱化学気相成長法を利用し、球状炭素粒子上に炭素繊維がウニ状に密生することを見出したが、ガス分析などの化学的側面からの報告はない。本報告では、炭素繊維の生成とガスの反応量との関係について着目し、炭化水素ガスの分圧を変化させたときの炭素繊維の形状について評価する。

**【実験】** 炭素粒子には平均粒子径 156  $\mu\text{m}$  のカーボンマイクロビーズ(日本カーボン(株)製:ICB-15020)、反応管には、内径 25 mm 長さ 500 mm のインコネル管を使用した。まず、鉄触媒の担持を目的として、炭素粒子を 0.5 mol/L の硝酸鉄水溶液に一日中浸漬し、乾燥させた後、水素ガス下 1000°C で 1 時間の還元処理を行った。次に、炭素粒子をアルミナ質ボートに載せた後に、プロピレンと水素の混合ガスを流し、1000°C で 2 時間プロピレンを熱分解することにより、炭素粒子表面への炭素繊維の生成(気相成長)を行った。その際、本研究では、熱伝導度検出器(TCD)(ジーエルサイエンス(株)製:CP-4900)によるガス分析を行い、実験後、走査型電子顕微鏡(SEM)により生成物の形状を観察・評価した。

**【結果と考察】** Fig. 1 は、プロピレン濃度 15% で実験を行った後の炭素粒子の SEM 像である。図より、炭素繊維が、担持操作により炭素粒子表面に点在した鉄粒子部から生成していることが分かる。また、生成した繊維の中には、稀に 50  $\mu\text{m}$  以上に成長したものも見られた(Fig. 2)が、大半は 5  $\mu\text{m}$  未満であり、長さのばらつきが大きかった。これは、熱分解反応と同時に生成したススが炭素粒子表面に付着したことにより、粒子表面における気相成長が妨げられたためである。つまり、繊維の長尺化にはススの抑制が重要である。Fig. 3 は、プロピレン濃度 20% で実験を行った際のガス成分 ( $\text{H}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ) の割合を 30 分毎に調べたものであり、温度が 1000°C に到達した時点をも 0 min としている。図より、1000°C に到達した時には  $\text{CH}_4$  が生成しており、その 30 分後には定常状態となっていることが分かる。これより、 $\text{CH}_4$  は 1000°C 付近における  $\text{H}_2$  とプロピレンの反応により生成したと考えられる。また、0 min と比べ 30 min 以降の  $\text{CH}_4$  の生成量が少ないことから、気相成長を妨げたススは 0~30 min の間に生成された可能性が高いと言える。なお、プロピレンの濃度の違いによるガスの反応率の差については現在検討中であり、当日に議論する。

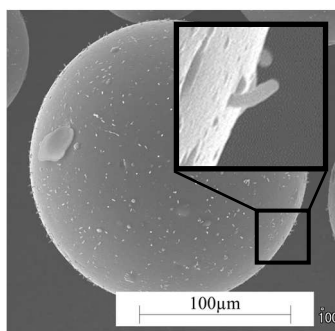


Fig. 1 SEM image of carbon particle surface (propylene concentration of 15%)

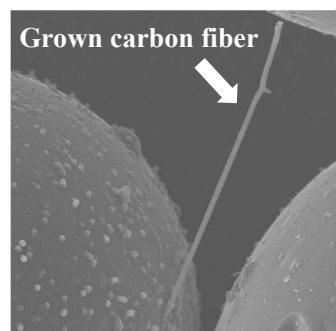


Fig. 2 SEM image of formed long carbon fiber (propylene concentration of 15%)

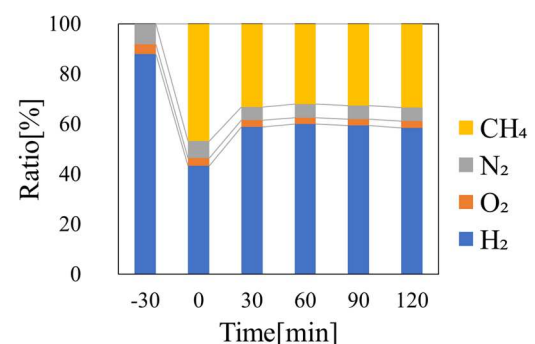


Fig. 3 Ratio of gas components measured by TCD (propylene concentration of 20%)

1) M.Egashira, et al., *J. Jpn. Petrol. Inst.*, **26**(4), 247-252(1983)