

課題番号 : F-15-HK-0021
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : ALD 酸化膜を用いた高純度グラフェンの成長実験
 Program Title (English) : Growth of high purity graphene using ALD oxide thin film as a catalyst
 利用者名(日本語) : 中村基訓
 Username (English) : Motonori Nakamura
 所属名(日本語) : 旭川工業高等専門学校 システム制御情報工学科
 Affiliation (English) : National Institute of Technology, Asahikawa College
 Department of Systems, Control and Information Engineering

1. 概要(Summary)

グラフェンは機械的強度が高く、キャリア移動度や電流容量も高いなど、多くの分野への応用が期待される材料である。高純度なグラフェンを生成する手法については、多くの研究者が様々な手法を提案しているが、デバイスへの応用を考えた場合には、触媒金属を用いた CVD (Chemical Vapor Deposition) 法が最も有効である。我々は金属触媒として Fe/Mo ナノ粒子を用いた場合、数 nm 程度の極薄 Al₂O₃ 膜で被覆した場合、数層グラフェンが生成されることを見出した。本研究では、Fe/Mo ナノ粒子ではなく、Al₂O₃ 膜で被覆した積層薄膜触媒において、良質なグラフェンの生成が可能かどうかを検証した。そのため、北海道大学の EB 蒸着器および ALD 成膜装置を利用し、Al₂O₃ 被覆した Fe/Mo 積層薄膜触媒を形成した。結果として、ナノ粒子での生成で示唆されていたように、Fe 薄膜が 5 nm 以下の触媒量の少ない系において、数層グラフェンの生成が確認できた。しかしながら、薄膜化により大面積のグラフェン生成には至らなかった。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

EB 加熱・抵抗加熱蒸着装置 AV096-000, ALD 製膜装置 Savannah100, 電子ビーム描画装置 ELS-3700, ナノカーボン成長炉 Easy Tube System

【実験方法】

北大では、積層薄膜触媒を EB 蒸着装置により作製した。Mo と Fe 薄膜の膜厚をパラメータとし、①Mo:5 nm, ②Mo:1 nm/Fe:1 nm, ③Mo:1 nm/Fe:5 nm, ④Mo:5 nm/Fe:5 nm, ⑤Fe:10 nm, ⑥Fe:50 nm の 6 種類の薄膜触媒を準備した。金属触媒形成後に、ALD 装置を用いて Al₂O₃ 膜を 1 nm 被覆した。このようにして形成した薄膜触媒を旭川高専に持ち帰り、アルコールを炭素源とした減圧 CVD 装置を用いてグラフェンを成長させた。成

長時圧力: 2.5 kPa, 成長時間: 10 min, 成長温度: 900 °C で成長させた。試料の表面形状は電子顕微鏡で、生成物の評価はラマン分光装置でおこなった。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

様々な薄膜触媒を用いて CVD 成長させた生成物についてのラマン分光測定結果を Fig. 1 に示す。SEM による表面構造測定結果と合わせると、金属薄膜(主として Fe)の膜厚が厚い条件(10 nm 以上)においては、CNF (Carbon Nano Fiber)が多く生成され、5 nm 以下と比較的触媒量の低い条件においては、部分的に数層グラフェンが生成されていることがわかった。また、Mo:1 nm/Fe:1 nm の場合においては、G ピーク(1590 cm⁻¹) がスプリットしていることにより、CNT が多く成長していることが確認できた。

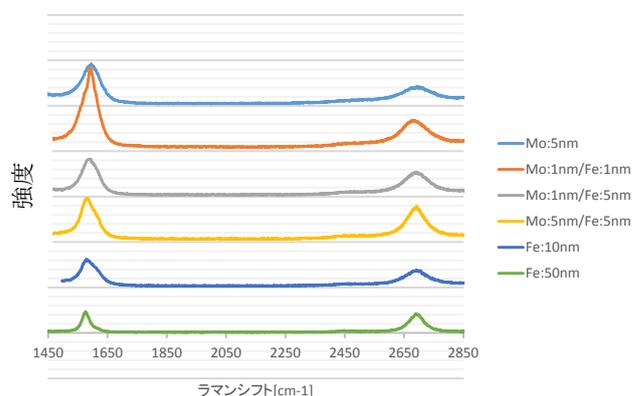


Fig. 1 Raman spectra of grown films using thin film catalysts.

4. その他・特記事項(Others)

・アグスバギョ様(北大 NPF)に感謝いたします。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

中村基訓ほか, 第 63 回応用物理学会春季学術講演会 20a-P4-22(2016)

6. 関連特許(Patent)

なし