

課題番号 : F-16-AT-0097
利用形態 : 機器利用
利用課題名(日本語) : 酸化マグネシウムを触媒担持層としたカーボンナノチューブフォレスト成長
Program Title (English) : Growth of carbon nanotube forest using a magnesia catalyst support
利用者名(日本語) : 辻享志
Username (English) : T. Tsuji
所属名(日本語) : 技術研究組合 単層 CNT 融合新材料研究開発機構
Affiliation (English) : Technology Research Association for Single Wall Carbon Nanotubes

1. 概要(Summary)

最近我々は、酸化マグネシウム(MgO)薄膜を鉄触媒の担持層としたカーボンナノチューブ(CNT)フォレスト成長において、触媒担持前の MgO 薄膜にアニール処理(750 °C, 20 分, 空気中)を実施することにより、10 分間の水添加化学気相法で成長した CNT フォレストの高さが 50 倍以上向上することを見出した[1]。本研究では、CNT フォレストの成長効率が大幅に向上した要因を明らかにするために、アニール処理が MgO 薄膜の結晶構造に与える影響を評価した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

X 線回折装置(XRD)

【実験方法】

500 nm の熱酸化膜を有するシリコン基板に MgO をマグネトロンスパッタリング(200 W)にて約 100 nm 蒸着後、所定温度下、空気中で 20 分間アニール処理した。X 線回折スペクトルは、薄膜試料に対して入射角度 0.5 ° で X 線(Cu K α , 40 kV, 30 mA)を入射し out-of-plane 測定にて取得した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1(a)に蒸着直後の MgO 薄膜の XRD スペクトルを示す。2 θ = 37, 43, 62, 75 及び 78 ° に MgO の(111), (200), (220), (311)及び(222)面に由来する回折ピークがそれぞれ検出された。2 θ = 54 ° 付近は Si 基板に由来するピークである。(220)面の回折ピークについて MgO 薄膜へのアニール温度依存性に着目すると(Fig. 1b)、アニール温度が高いほど、ピーク強度が増大し、半値幅が減少したことが分かる。このことはアニール温度の上昇により MgO 多結晶薄膜の結晶子径が増大したことを示す。さらに 400~600 °C の温度範囲でピークが高角側にシフトしていることが確認され、格子定数が減少していることが示された。このことからスパッタ蒸着中に形成された伸長

歪が 600 °C 以上のアニール処理により減少したことが示唆される。以上よりスパッタ蒸着膜をより高温でアニール処理すると MgO 薄膜の結晶性が向上することが明らかとなった。CNT フォレストの合成においては、MgO 担持層のアニール処理により結晶性が向上したことで、Fe 触媒の下地層への拡散が抑制され、高い CNT フォレストを成長できたと結論した。

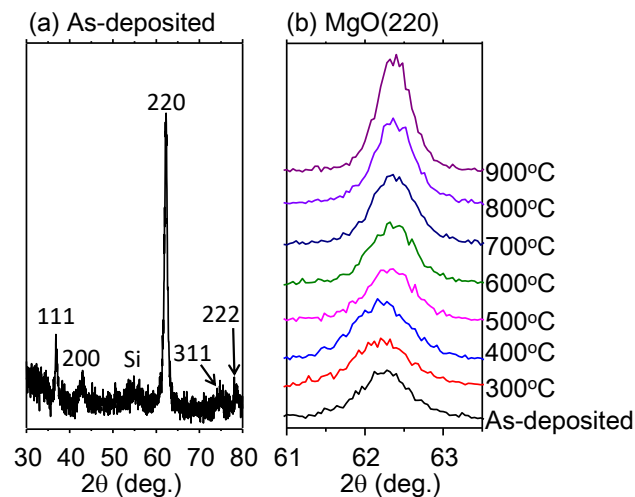


Fig. 1 XRD spectra of (a) as-deposited MgO and (b) annealed MgO thin film at various temperatures.

4. その他・特記事項(Others)

参考文献

[1] T. Tsuji et al. J. Am. Chem. Soc. **138**, (2016) 16608.

謝辞

機器のトレーニングと実験結果に関して有益な議論をさせていただいた産総研 NPF の松野賢吉様に感謝する。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

(1) フラーレン・ナノチューブ・グラフェン学会, 第 52 回フラーレン・ナノチューブ・グラフェン総合シンポジウム, 平成 29 年 3 月 2 日

6. 関連特許(Patent)

なし。