

課題番号 : F-16-OS-0056
利用形態 : 機器利用
利用課題名 (日本語) : 垂直配向カーボンナノチューブを電極に用いた微細気泡生成に関する研究
Program Title (English) : Generation of microbubbles using vertically aligned carbon nanotubes
利用者名 (日本語) : 岡野充典¹⁾, 宮脇直斗¹⁾, 平原佳織¹⁾²⁾
Username (English) : M. Okano¹⁾, N. Miyawaki¹⁾, K. Hirahara¹⁾²⁾
所属名 (日本語) : 1) 大阪大学, 工学研究科, 機械工学専攻, 2) 大阪大学, 工学研究科, 附属アトミックデザイン研究センター
Affiliation (English) : 1) Dep. Mechanical Engineering, Grad. School of Engineering, Osaka University, 2) Center for Atomic and Molecular Technologies, Grad. School of Engineering, Osaka University.

1. 概要 (Summary)

カーボンナノチューブ (CNT) を炭素電極として水を電気分解することによって、微細な気泡を生成させる手法の研究を行っている。本研究課題では昨年度に引き続き、電極構造を改善することを目的として、CNT 合成時における触媒層のパターニングを行うことにより垂直配向 CNT の配向状態の制御を行った。また、開発された CNT 電極をマイクロ流路に組み込み、発生させた気泡に対して流速の及ぼす影響を調べるために、マイクロ流路の鋳型を作製した。

2. 実験 (Experimental)

【利用した主な装置】

- ・多元 DC/RF スパッタ装置：キャノンアルバ製 EB1100
- ・LED 描画システム：ピーエムティー製 PLS-1010
- ・マスクアライナー：ミカサ株式会社 MA-10

【実験方法】

1. パターニング CNT の合成

CNT 成長場所のパターニングを行うために、フォトリソグラフィ工程を導入し、以下の一連のプロセスを行った。Al バッファ層を 10 nm スパッタリング蒸着した Si 基板上に、ポジ型のフォトレジストを (TSMR-V50EL-) をスピコートした。スピコートは 300 rpm で 3 秒、slope の設定で 5 sec 秒、4000 rpm で 10 秒、3000 rpm で 10 秒の順に回転数を調整して行った。次にマスクアライナーにてフォトリソグラフィ用のマスクを用いて紫外線を 10 秒間露光した。マスクは 2014 年度の機器利用にて作製した、ガラス

板上に格子状の Cr をパターニングしたものを使用した。露光時間は 10 秒で行った。露光後、現像用溶媒 (NMD-3, 2.38 %) を用いて現像処理を行った。露光後の Si 基板を現像液に 30 秒漬けた後、蒸留水に 30 秒漬けおくことでリンスした後、ホットプレートを用いて 110°C で 2 分間ベークした。この後、CNT 成長触媒である鉄を厚さ 2 nm スパッタリング蒸着し、残留レジストを除去すると、パターニングされた触媒層が形成される。このようにして作製した基板を用いて CVD を行うと、垂直配向 CNT に四角柱状の穴が配列した形状が作製された。

2. マイクロ流路作製

まずマイクロ流路の形状パターンをフォトマスクを作製した。多元 DC/RF スパッタ装置を用いてクロム (Cr) 蒸着したガラス基板上に、フォトレジストの密着性を高めるためへキサメチルジシラザン (HMDS) スピコートし、続けてポジ型のフォトレジスト (AZ-5206E) をスピコートした。このレジスト上に LED 描画システムを用いて、あらかじめ CAD で描画したマイクロ流路図のパターンを露光した。その後、現像用溶媒 (NMD-3, 2.38 %) に 90 秒漬け置きして露光部のレジストを溶かした。この溶けた部分の Cr を除去するためにエッチング溶液を用いて 120 秒洗浄した後、100 Hz で超音波振動させた AZ リムーバーに 3 分間漬け置きして基板上の残留レジストを除去した。

次に、このフォトマスクを用いてマイクロ流路雄型

を作製した。プラズマクリーナーを用いて洗浄した Si 基板の上に、シクロペンタノンで希釈した SU-8 3050 をスピコートした。スピコート後の Si 基板を 65°C で 5 分間、続いて 95°C で 30 分間ベークした。この上に、作製したフォトマスクを用いてマスクアライナーで 50 秒露光し、流路部分にのみ紫外線を照射した。この後、65°C で 6 分間、続けて 95°C で 2 分間ベークした後、SU-8 現像液に 150 秒漬け置きした。最後に 150°C で 15 分間ベークすることにより、マイクロ流路雄型を得た。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

Fig. 1 に、触媒をパターニング蒸着した基板と、これを用いて CVD により合成した垂直配向 CNT の電子顕微鏡像を示す。正方形の箇所以外の部分のみに長さ数十 μm の CNT が配向成長していることが確認できた。これを用いると、作製したホールサイズに応じて均一なサイズの微細気泡が作製でき、従来の手法に比べて長時間捕捉できることが確かめられた。

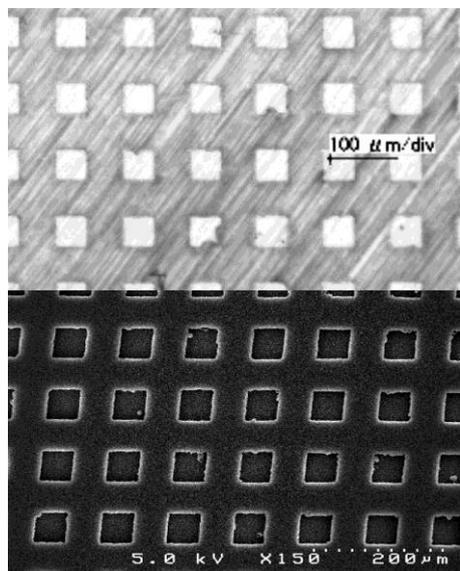


Fig. 1. (upper panel) Gray colored region corresponds to patterned catalytic layer of iron. (lower panel) patterned CNT.

Fig. 2 に、CAD で描画したマイクロ流路パターンと、これを用いて実際に作製したフォトマスクを示す。このフォトマスクを用いて作製したマイクロ流路雄型は、厚さが 19.3 μm であった。この厚さは、これを用いて作製する流路の高さに相当するが、SU-8 3050

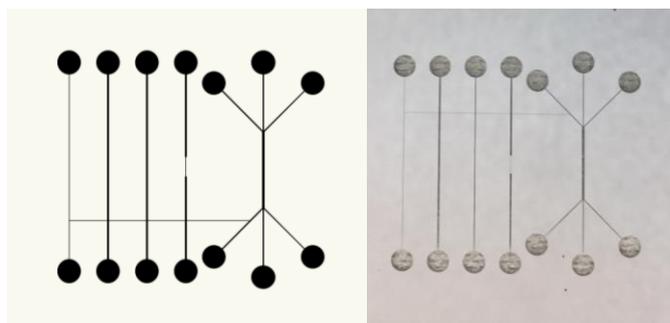


Fig. 2. CAD drawing of a microchannel (left) and the photomask fabricated in this study (right).

とシクロペンタノンの重量混合比およびスピコート回転数に調節が可能である。まず、これらのパラメータと得られる厚さの関係を調べた。その結果を Table 1 に示した。この値をもとに、高さを調整したマイクロ流路を作製する。流路は、今回作製した雄型にポリジメチルシロキサン (PDMS) を滴下して作製する。これを用いて、今後シリンジポンプで発生させた流れにおける気泡の挙動を観察する。

Table 1 Control of the mold thickness by rotational speed of spincoater and weight ratio of cyclopentanone and SU-8 (3050).

SU-8:シクロペンタノン	スピコート回転数(rpm)	厚さ(μm)
1:1	3000	3.9
2:1	3000	6.9
3:1	3000	10.9
4:1	3000	12.1
3:1	1000	16.3
4:1	1000	19.3

4. その他・特記事項 (Others)

科研費 基盤研究 (B)「垂直配向ナノチューブ電極を用いた微小気泡発生源の創成と機能開拓」、平原佳織、H26~H28 年度。

・関連する課題番号:S-16-OS-0050

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

なし。