

課題番号 : F-18-KT-0186  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : カーボンナノチューブを用いた極性分子吸着ガスセンサの開発 1  
Program Title(English) : Development of polar molecular adsorption gas sensor using carbon nanotube 1  
利用者名(日本語) : 中本啓志  
Username(English) : K. Nakamoto  
所属名(日本語) : 鳥取大学大学院持続性社会創生科学研究科  
Affiliation(English) : Graduate School of Engineering., Tottori Univ.  
キーワード/Keyword : 膜加工・エッチング、単層カーボンナノチューブ、揮発性有機化合物、吸着

## 1. 概要(Summary)

揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds: VOC) ガス成分は塗料、接着材などに含まれる有機物質であり、人体へ悪影響を与えシックハウス症候群などの原因となるため濃度把握が必要である。大気中の水蒸気を吸着させる方法として、単層カーボンナノチューブ (Single Wall Carbon Nanotube: SWCNT)[1] への物理吸着に関する論文が報告されている [2]。そこで SWCNT を配置した VOC を効率よく吸着可能なデバイスの作製を目指し、京都大学ナノテクノロジーハブ拠点の施設の設備を利用して SWCNT 成長用基板の微細加工を行った。

CNT 成長において触媒金属がグレインおよび成長に及ぼす影響の調査を鳥取大学のマイクロデバイス工学研究室の装置を利用して行う。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

磁気中性線放電ドライエッチング装置、ダイシングソー、レーザー直接描画装置、レジスト現像装置、ウェハスピ洗浄装置

### 【実験方法】

京都大学ナノテクノロジーハブ拠点にてダイシングソー、エキスパンド装置、紫外線照射装置の順に装置を用いて SiO<sub>2</sub>/Si 基板をダイシングする。この基板は鳥取大学にて SiO<sub>2</sub> 上に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、次に Ni をスパッタリングしたものである。

レーザー描画装置でダイシング済み基板を照射する。表面上にエッチング用パターンを形成し、SPM 洗浄装置にて現像を行う。

次に磁気中性線放電ドライエッチング装置によって Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si 基板をエッチングする。この工程の後レジストを Ni 上から除去することによって、パターン

グ済み Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が SiO<sub>2</sub> 膜上に得られる。

鳥取大学では微細加工した Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si 基板を用いて熱 CVD 処理を行う。Ar, H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> の 3 種のガスを成長実験中に使用する。温度、流量、生成時間など CNT 成長に適した条件を用いて成長実験したのち FE-SEM による形状観察を行う。これのより応用先に適した更なる成長条件絞り込みを行う。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

作製した CNT の形状評価のために FE-SEM により観察した。鳥取大学にてメタルマスクを用いて Ni パターンを作製した場合、生成される CNT は垂直に生成された (Fig. 1)。パターンサイズは 3 mm<sup>2</sup> であったため、センサ応用のためにパターンサイズを 100 μm<sup>2</sup> 以下で生成を試みた。結果 CNT の生成量が非常に減少した。(Fig. 2)。円形パターンの中心または端部にのみ生成される基板や、全く生成されないなど良い結果が得られなかった。今回はドライエッチング工程を採用しており、Ni パターン上にレジストを塗布とエッチングが行われている。この処理により Ni の触媒金属としての活性が低下および変質が考えられる。加えて冷却用グリッドを用いてエッチングしたため、グリッドの除去が不十分でレジスト除去行程にて Ni パターン上に付着してしまった可能性が考えられる。よって CNT を成長させる基板を作製する手順にドライエッチングは適していないと考えられる。

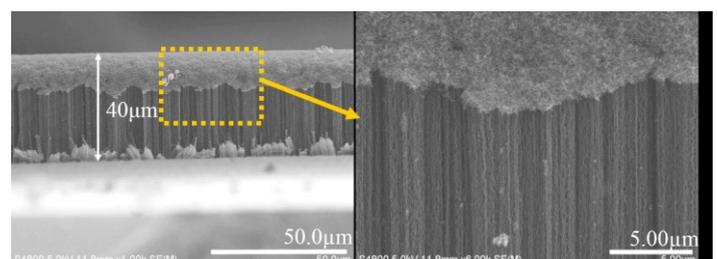


Fig. 1 FE-SEM image of CNT Forest when the thickness of Ni film was 1 nm with a pattern size of 3 mm<sup>2</sup>.

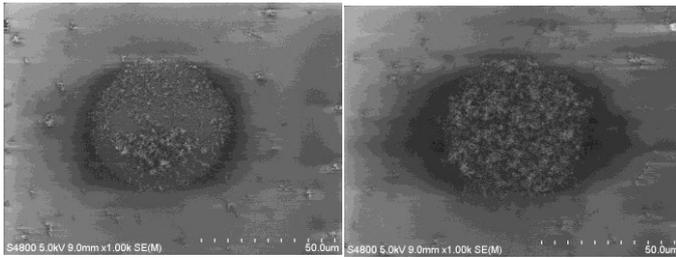


Fig. 2 FE-SEM image of CNT Forest when the thickness of Ni film was 1 nm with a pattern size of  $100 \mu\text{m}^2$ .

今後の基板パターン作製手法としては、触媒金属の膜上に影響が少ないことが優先される。現在考えられる候補としてはリフトオフによるパターンニングが挙げられる。レジスト上に成膜工程を行うため、リムーブ作業に影響が出る可能性があるが、CNTの成長阻害は減るものだと考えられ次回以降はこの工程を採用し、実行、検討、修正を行っていきたい。今回のような最大直径が  $100 \mu\text{m}$  の触媒層上に CNT が生成できれば、デバイス・センサ応用に適したサイズやパターン形状に制御も可能となるため、一層応用までの最適化に期待できる。加えてパターンは等間隔に配置されるよう設計しており、配置箇所が異なる。このマイクロスケールの配置差によって成長する形状および長さや直径が異なる場合、マイクロスケールで原料となる炭素原子の挙動についてアプローチでき、有効なパターンの配置など最適化も考えられる。成膜手法を含んだパターンニングを考慮する必要性は十分にあると判明した。

#### 4. その他・特記事項 (Others)

##### ・参考文献

- [1] K. Murata et al., vol. 28, pp. 217-224, 2001.
- [2] K. Oyama et al., Proc. of IEEE Sensors 2015, pp. 201-204, 2015.

・共同研究者: 東芝テック株式会社 關雅志様

#### 5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

- (1) K. Nakamoto, 応用物理学会第 65 回春季学術講演会, ポスター, 2018/3/17-20, 国内.
- (2) K. Nakamoto, 応用物理学会第 79 回秋季学術講演会, ポスター, 2018/9/18-21, 国内.

#### 6. 関連特許 (Patent)          なし。