

課題番号 : F-18-UT-0016
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 同位体ラベルによる単層カーボンナノチューブ成長過程の分析
 Program Title (English) : Digitally coded isotope labeling for monitoring SWNT growth
 利用者名(日本語) : 山元隼¹⁾, 丸山茂夫^{1,2)}
 Username (English) : S. Yamamoto¹⁾, S. Maruyama^{1,2)}
 所属名(日本語) : 1) 東京大学大学院工学研究科, 2) 産総研
 Affiliation (English) : 1) Department of Mechanical Engineering, The University of Tokyo, 2) National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
 キーワード/Keyword : 水平配向カーボンナノチューブ(carbon nanotube, CNT), 同位体, 化学気相蒸着(chemical vapor deposition, CVD)法, リソグラフィ・露光・描画装置

1. 概要(Summary)

単層 CNT は直径 1 nm 程度の炭素材料で, 金属型や半導体型の性質を持ち様々な電子デバイスへの応用に向けた単層 CNT の制御合成が期待されているが, その成長機構は未解明な点が多い. 例えば成長の終了過程 [1,2]などは統一された見解が得られていない. また, これらの先行研究では成長の待機時間や触媒寿命, 合成実験ごとの差異などを考慮できていない. そこで, 本研究では炭素同位体ラベルを組み込んで合成を行い, 個々の単層 CNT の成長過程を追跡することで成長機構について知見を得ることを目的とする. 実験から単層 CNT は触媒によって成長開始時間, 成長速度が異なり, 直径と成長速度が負の相関を持つことがわかった.

実験(Experimental)

【利用した主な装置】

光リソグラフィ装置 MA-6

【実験方法】

武田 CR にてリソグラフィ装置を用いて水晶基板に等間隔ラインのパターニングを施す. その後当研究室で触媒をライン上に蒸着し, CVD 法によって単層 CNT を合成する. 合成時に炭素同位体を含む炭素源を制御しながら用いることで単層 CNT に同位体ラベリングを行う. ラベルをラマン分光法によって判別し, 成長速度や寿命を求める.

3. 結果と考察(Results and Discussion)

合成時にエタノール同位体をパルス状に流し, デジタル的にラベリングすることで (Fig. 1(a)), 合成後のラマンスペクトルによるマッピングからラベルを識別することに成功した (Fig.1(b)). 同時に合成した単層CNTでも 成長開始時間(Incubation time)や成長速度は触媒によって大きく異なることを確認した (Fig. 1(c)). また, 単層CNTの

直径と成長速度は負の相関があることを確認した. 成長に必要な炭素数は直径が小さい程少ないため成長速度が大きくなると考えられる.

他の触媒や合成条件を変えた場合でも同位体ラベルを組み合わせることで, 単層 CNT の成長機構について新たな知見を得られると考えられる.

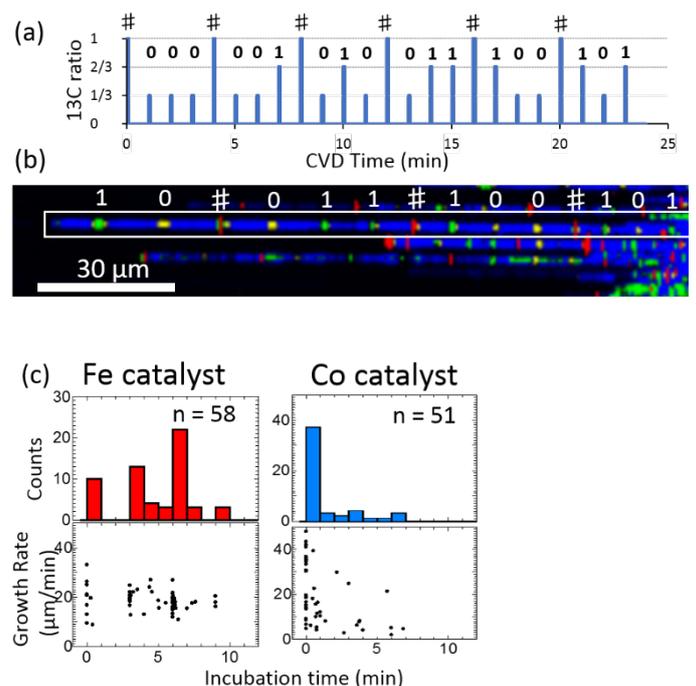


Fig. 1 (a) Example of introduction of labels by ¹³C ethanol. (b) Raman mapping colored by the shift of G-band peak. (c) Comparison of SWNTs from iron and cobalt catalysts.

4. その他・特記事項(Others)

参考文献

- [1] R. Rao *et al.*, *Nat. Mater.* **11**, 213 (2012).
- [2] R. Zhang *et al.*, *ACS Nano* **7**, 6156 (2013).

関連文献

(1) 第 65 回応用物理学会 春季学術講演会, 平成 30 年 3 月 17 日.

本研究の一部は日本学術振興会科学研究費補助金の助成を受けた.

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

(1) K. Otsuka, S. Yamamoto, T. Inoue*, B. Koyano, H. Ukai, R. Yoshikawa, R. Xiang, S. Chiashi, S. Maruyama*, Digital isotope coding to trace growth process of individual single-walled carbon nanotubes, *ACS Nano*, (2018), 12, 3994-4001.

(2) 第 55 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 30 年 9 月 12 日.

6. 関連特許(Patent)

なし.

登録装置名	仕様
高速大面積電子線描画装置	ADVANTEST F5112+VD01
超高速大面積電子線描画装置	ADVANTEST F7000S-VD02
マスク・ウェーハ自動現像装置群	EVG101(現像装置),APTCON(エッチング)、SAMCO FA-1(アッシング)
光リソグラフィ装置 PEM800	UNION PEM800
光リソグラフィ装置 MA-6	Suss MA6
4 インチ高真空 EB 蒸着装置	自作 NSP
ベルジャー蒸着装置	ベルジャー蒸着装置
8 インチ汎用スパッタ装置	ULVAC SIH-450
高密度汎用スパッタリング装置	芝浦 CFS-4ES
金メッキ装置	山本鍍金試験器製
銅メッキ装置	山本鍍金試験器製
超臨界銅成膜装置	自作
高速シリコン深掘りエッチング装置	SPTS MUC-21 ASE-Pegasus
汎用 ICP エッチング装置	ULVAC CE-300I
塩素系 ICP エッチング装置	ULVAC CE-S
汎用高品位 ICP エッチング装置	ULVAC NE-550
汎用平行平板 RIE 装置	SAMCO RIE-10NR
形状・膜厚・電気評価装置群	Keyence, Laser 顕微鏡,DektakXT-S,NanoSpec,Suss8”プローバ、 分光エリプソメーターM-550
機械特性評価装置	Polytec MSA-500
クリーンドラフト潤沢超純水付	ドラフトチャンバー
ステルスダイサー	DFL7340(ステルス・Si 用)
ブレードダイサー	DAD3650
気相フッ酸エッチング装置	IDONUS 8 インチ装置 Vapor HF 専用
マニュアルウエッジボンダー	WestBond 7476D
エポキシダイボンダー	WestBond 7200C
セミオートボールボンダー	WestBond 4700E
精密フリップチップボンダー	Finetech Lambda
電子顕微鏡	Hitachi S-4700 CR 内と 2 号館に各 1 台
SEM	TM-3030Plus
電子線顕微鏡観察用コーター	GATAN 社 PECS
半導体パラメータアナライザー	B1500
イナートガスオープン	INH-9CD
精密研磨装置	Logitec PM5
川崎ブランチスパッタリング装置	CFS-4EP-LL 芝浦メカトロニクス(株)
川崎ブランチ ECR スパッタリング装置	EIS-230W (株)エリオニクス
川崎ブランチ化合物用エッチング装置	PlasmaPro100-ICP-180 Oxford Instruments
集積回路パターン微細加工(FIB)装置	FEI V400ACE
UV レーザープリント基板加工装置	LPKF ProtoLaser U3
NC プリント基板加工装置	LPKF Protomat S62
高速ランプアニール装置	MS-HP2-9
サンドブラスト	不二製作所