

水分導入の為の CNT 成膜装置の改造

量子ビーム研究室 1090144 熊本 隆志

1. 緒言

量子ビーム研究室ではカーボンナノチューブ(以下CNT)をマイクロ波プラズマ CVD 法で作成している。CNTは軽くて強いなどといった優れた特性を持つ物質である。しかし、CNTは大量合成が難しい為、価格が非常に高くなっている。

近年、気相合成中に極微量の水分を加える事によって触媒の活性及び寿命が大幅に改善され、結果としてCNTが大量に成膜出来るスーパーグロース CVD 法^{*1}が発表された。水分の役割については水分を導入する事によって酸化還元反応が発生し、触媒の寿命が伸びCNTが増量するのではないかと論文^{*2}が発表されている。

私の目標はマイクロ波プラズマ CVD 法 CNT 成膜装置でCNT成膜を行っている時に水分を導入して、CNT成膜量に変化が出るか測定する事である。その為にはCNT成膜装置を水分の導入が出来る様に改造を行って、CNT成膜量の比較が出来るように水分の未導入でCNT成膜が必要である。現時点ではCNT成膜装置の改造の一部と水分の未導入でのCNT成膜量を測定した。

2. CNT 成膜装置の改造

成膜中に水分を加える様に改造を考えたCNT成膜装置は株式会社ULVAC社製マイクロ波プラズマCVD法CNT成膜装置(型式CN-CVD-100)である。CNT成膜装置に導入する水分量は、水分研究の論文^{*2}を参考にして導入する水分の流量を0.02SCCMとした。水分の導入方法としては、空気中に含まれている水分を導入する方法にした。CNT成膜装置付近の温度と湿度から水分量を求めて導入する空気の流量を決定した。導入したい水分の流量が0.02SCCMと少なく精度が必要になる為、マスフローで流量を制御する事にした。マスフローを作動させるには一定の範囲内での加圧が必要である。以上より、水分を導入するには空気の加圧が必要になり、空気の加圧と圧縮空気の貯蔵を行う水分導入部を自作する事にした。水分導入部の作成手順は部品を図面に直して設計を行ってから部品を実際に組み立てていく事にした。

図1は図面上で部品全体を組み合わせた全体図である。

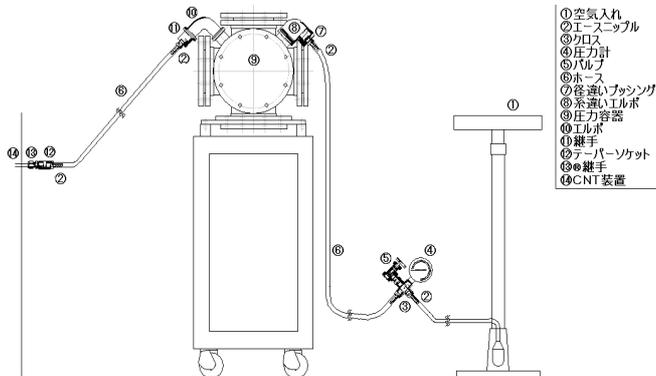


図1 水分導入部の全体図

3. 水分の未導入での CNT 成膜

水分を加える事によってCNT成膜量が増加するかどうかを確かめる為に表1の条件と水分導入の有無でCNT成膜を行い、CNT成膜量に変化が出るか確かめる。

表1 CNT成膜条件

基板(各2)	プラズマ洗浄	CNT成膜	バイアス電圧
Ni,Fe,SUS	30分	60分	200V

4. 改造結果および成膜量測定

図1の通り部品の組み立てを行った、0.4MPaの耐圧テストをした結果、空気入れから極微量の空気が漏れていた。

水分導入の有無によって、CNT成膜量の違いを見る為には成膜量の定義をする必要がある。私は特定の箇所付近でのCNTの体積を成膜量と定義し、SEMで撮影した画像から以下の手順でCNTの体積を求める。尚、画像に映るCNTは角度がないものとして計算をする。

- ① 基板でマイクロ波に近いA~D点でSEM画像を取る。
- ② 横4等分、縦3等分にし、12枚の画像にする。
- ③ 12枚の画像から3枚をランダムで取り出す。
- ④ ③の画像からCNTの体積を1本ずつ求める。
- ⑤ 求めた体積を足し合わせ、合計とする。
- ⑥ 合計×4でその点の画像にあるCNTの体積とする。

図3に測定場所が近い4点を上記の手順を用いてCNTの体積を表した。

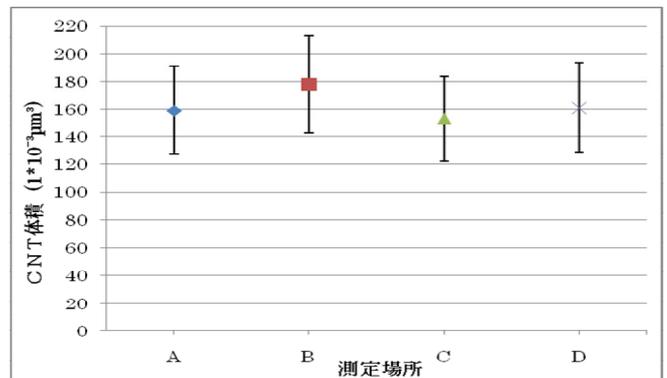


図3 測定場所によるCNTの体積

5. 考察

空気入れからの漏れは逆流を防ぐ弁を取り付ける事で解決できる。図3のグラフから誤差の範囲内でCNTの体積は均一であると言える。今後、CNT成膜装置の改造が完了次第、水分添加有でのCNT成膜を行い水分導入の有無によるCNT成膜量の変化を測定したい。

文献

*¹ Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Impurity-Free Single-Walled Carbon Nanotubes

*² Chemistry of water-assisted carbon nanotube growth over Fe-Mo/MgO catalyst