

銀触媒によるカーボンナノチューブ成膜

量子ビーム研究室

栗林和正

1. 緒言

カーボンナノチューブ（以下 CNT）は強い引張強度、高い電気伝導性などの特徴を持ったナノサイズの素材であるが、触媒微粒子から成長するため触媒となる物質が限定される。

そこで私は成膜不可と考えられている銀を触媒として CNT 成膜を試みた。銀は炭素との親和性が低いことから CNT を成膜するのが不可能と考えられていた。しかし CVD 法において銀微粒子を 1~3nm と小さくすることで単層ナノチューブ成膜が成功した*1。そこで銀微粒子を小さくすることで多層ナノチューブの成膜も可能ではないかと考え触媒微粒子のサイズに注目し研究を行った。

もし銀が多層ナノチューブの触媒となるならば、触媒の選択性が広がりさまざまな材質から多層ナノチューブ成膜が可能ではないかと考えた。

2. 実験装置および方法

CNTの生成のために株式会社ULVAC社製マイクロ波プラズマ CVD 法 CNT 成膜装置（指番 ZB01-5077 型式 CN-CVD-100）を用いた。この実験装置において自分達の手で制御できる部分は下記に示す通りである。

- 1 成膜する基板の材質、サイズ
- 2 成膜時の基板設置位置
- 3 成膜室内の真空度
- 4 バイアス電圧値
- 5 プラズマ洗浄時間
- 6 成膜時間

ここで成膜する基板の材質、プラズマ洗浄時間に注目した。

成膜には銀基板を用いる。プラズマ洗浄時間は銀微粒子のサイズを制御する重要な項目である。ニッケル基板でプラズマ洗浄時間によって微粒子のサイズが変化する事は過去の研究で確認されている*2。私は銀の結合力がニッケルより低いことからニッケル基板より小さい微粒子が生成できるのではないかと考えた。

実験では銀を基板として成膜条件値を表 1、基板設置位置を図 1 のように設定し計 6 回の実験を行った。実験後の評価として走査型電子顕微鏡を用いた。基板①~③は銀微粒子のサイズを測定し、基板④~⑥は CNT の観察を行った。

表 1. 成膜条件

基板	①	②	③	④	⑤	⑥
プラズマ洗浄時間(分)	15	30	60	15	30	60
成膜時間(分)				60	60	60
バイアス電圧(V)	100	100	100	100	100	100
真空度 (pa)	227±3	227±3	227±3	227±3	227±3	227±3
				225±2	230±3	232±2

3. 実験結果および考察

プラズマ洗浄のみ行った表 1 の基板①、②、③を SEM 画像から微粒子のサイズを測定した。プラズマ洗浄時間による微粒子のサイズの変化を以下に示す。

プラズマ洗浄時間によって微粒子の大きさに変化が見られたがプラズマ洗浄 30 分の銀基板には微粒子が確認できな

った。

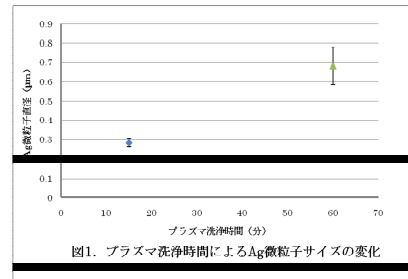


図 1. プラズマ洗浄時間によるAg微粒子サイズの変化

また微粒子が小さかったプラズマ洗浄時間 15 分を代表としてプラズマ洗浄前、プラズマ洗浄後、CNT 成膜 60 分後の画像を以下に示す。

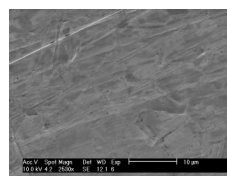
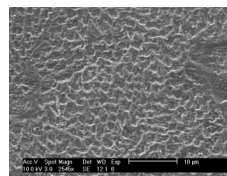
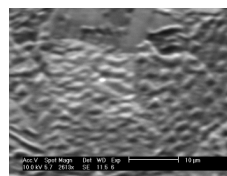


図 2. 各過程での銀基板表面 (SEM 画像)

←プラズマ洗浄前



←プラズマ洗浄 15 分後



←プラズマ洗浄 15 分、CNT 成膜 60 分後

CNT 成膜実験の結果どの条件でも CNT らしきものは観測できなかった。またプラズマ洗浄後にプラズマ洗浄前には見られなかった銀の微粒子のようなものが見えた。しかし成膜後にはその微粒子が確認できなかった。そのことから銀微粒子と銀基板との結合力が低かった事と CNT 成膜時にメタンを供給した事から、熱分解された炭素イオンが微粒子に衝突し取り除かれたのではないかと考えた。

4. 結論

銀触媒による CNT 成膜という目的は達成できなかったが各過程において微粒子の様子が観察できた。その事から銀基板による CNT 成膜は成膜時に微粒子が取り除かれることから現状では CNT が成膜できる可能性は低い事がわかった。そこで基板に銀微粒子を張付ける事で CNT が成膜できる可能性がある。

文献

- (1) D. Takagi, et al., Nano Lett. **6** (2006) 2642.*1
- (2) 2005 年 高知工科大学 知能機械システム工学科 卒業論文 今井聖康氏*2
- (3) コロナ社 斎藤弥八 編著 「カーボンナノチューブの材料科学入門」