

## Ni 触媒を用いたナノカーボンの合成と構造評価

八田・古田研究室 1171005 西森 俊作

## 【背景】

近年、エネルギー問題が深刻化しており、解決策としてエネルギーロスの少ない電子デバイスの開発などが盛んに行われている。省エネルギーの技術としてナノテクノロジーが注目されており、中でもカーボンナノチューブ (CNT) は優れた電気特性、熱特性、光学特性を持ち広く研究が行われている。本研究室では、Ni 触媒を用いた CNT の密度制御や Ni 触媒のスパッタ堆積時の触媒構造をコンダクタンス (電気抵抗の逆数) により評価し、コンダクタンスの立ち上がり付近で上部が膜でつながった霜柱状 CNT の成長を報告した。今回、霜柱状 CNT の形成機構を調査し構造変化を活かしメタルマスクでのパターンニングを行った。

## 【実験】

熱酸化シリコン基板上に DC マグネトロンスパッタ装置により、Ni を間欠スパッタ (ON 時間のスパッタと OFF 時間のスパッタ休止及びコンダクタンス測定を繰り返す) し、堆積した。カソードは 2 インチ Ni ターゲット厚さ 0.1mm、スパッタ条件はベース真空度  $3.0 \times 10^{-3}$  Pa、Ar 圧力 0.8 Pa、放電電流 20mA、基板-カソード間距離は 76mm とした。ON 時間を 5 秒、OFF 時間は 10 秒に固定し、ON 時間合計が 55 秒から 90 秒まで 5 秒間隔となる試料を作製した。CNT 合成は熱 CVD 法により、原料ガス  $C_2H_2$  10sccm、54Pa、温度  $730^\circ\text{C}$  で 10 分間合成した。合成後 FE-SEM で観察した。パターンニング合成では孔直径  $110\mu\text{m}$ 、孔間隔が  $60\mu\text{m}$ 、縦横 17mm のメタルマスクを用いて、ON 時間合計が 110 秒となる試料を作製し、CNT 合成は上記に示した条件と同様に行った。

## 【結果と考察】

図 1 はトータルの Ni 堆積時間を 55、75、80、85 秒とした触媒基板を CVD 合成した後の断面 SEM 像を示す。55 秒では CNT のみが成長し、65、70、75、80 秒で、上部が膜状につながった CNT (霜柱状 CNT) が成長した。80 秒では膜下部の CNT 密度が減少し、85 秒、90 秒では CNT 成長は確認されず膜状構造のみが確認できた。55 秒から 75 秒では Ni 触媒への炭素析出物が Ni 微粒子をつなぐことで膜状構造が形成されるとともに、膜状構造に含まれた Ni 微粒子と、熱酸化シリコン表面との界面において、CNT がチップグロースモードで成長することで炭素膜が霜柱状に持ち上がり、図 1 の霜柱状 CNT 構造を形成したと考えられる。堆積時間が 85 秒、90 秒では Ni の堆積量が多いため、CVD 中の加熱により凝集し、Ni 微粒子が大粒径化するために、膜状構造内に CNT 成長に適した Ni 微粒子が存在していなかったと考えられる。メタルマスクによる CNT のパターンニングではメタルマスクの孔中心では霜柱状 CNT が確認された。孔中心外では Ni 堆積量が減少し、CNT のみ成長する結果となった。マスクにより部分的に霜柱状 CNT を成長させることが可能であることが示された。

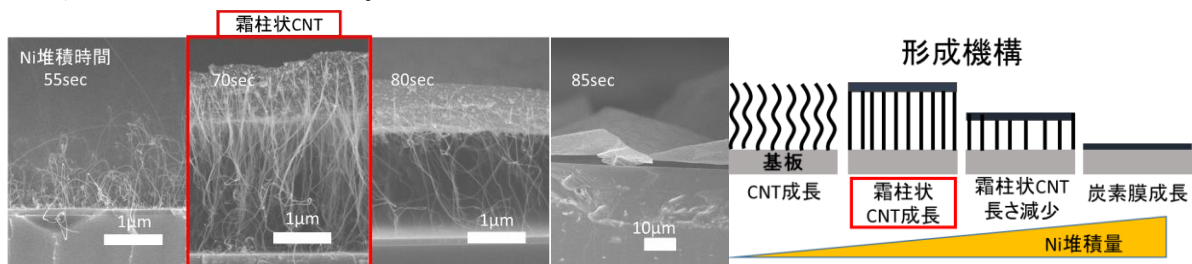


図 1. Ni 触媒堆積時間による CNT 構造の変化、断面 SEM 像

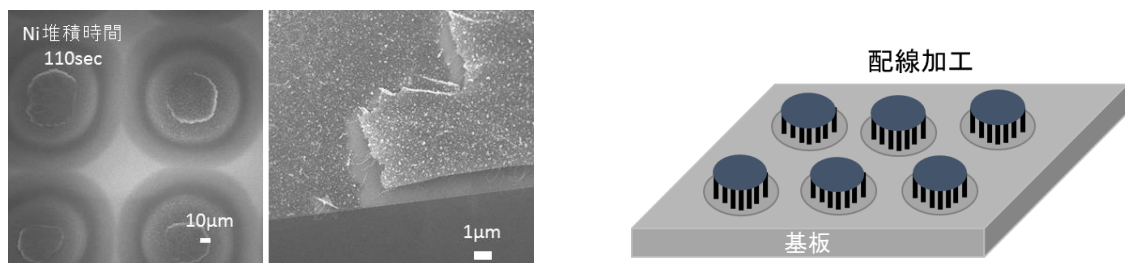


図 2 メタルマスクを用いた CNT のパターンニング合成、表面 SEM 像

## 【まとめ】

Ni 触媒により、熱酸化シリコン基板上に霜柱状 CNT フォレスト構造が形成される機構について、Ni 堆積時間依存性を調べ、Ni 微粒子上へのカーボン析出による膜形成により、成長機構を説明した。配線利用を目的としたメタルマスクによるパターンニングでは基板上で選択的に霜柱状 CNT を成長させることができた。