

CNT フォレストのランプ加熱温度特性評価

1200073 杉野 凱 (先進エネルギーナノ材料研究室)

(指導教員 古田 寛 教授)

1. 研究背景・目的

新たなエネルギー源を開発するため、太陽エネルギーが注目されており、CNTの高い光吸収率・耐久性を利用し、光エネルギーから高効率に熱エネルギーに変換し蓄熱するデバイスが注目されている[1]。本研究は、基板にアルミナ(Al₂O₃)をスパッタさせる量を従来の30nmから24nmへ変化させた時のCNTフォレストの膜厚をアニール時間依存性と鉄のスパッタ量依存性から一番見えやすい最適条件を明らかにし、CNTの膜厚とランプ加熱測定からCNT構造とランプ加熱による熱吸収の相関を明らかにすることを目的とする。

2. 実験方法

熱CVD装置を使用し、表1の実験条件で触媒膜厚、アニール時間変化によるCNT高さ依存性の実験を行った。基板は熱酸化シリコン2cm×2cmを使用した。CVD後の試料サイズは1cm×1cmである。作製した基板はFE-SEMによってCNTの膜厚を測定し、グラフにまとめた。

表1: 触媒堆積・CNT合成の実験条件

触媒堆積	CNT合成
Al ₂ O ₃ 26nm	アニール時間: 3min, 3.5min, 4min, 4.5min, 5min
Fe 0.7nm, 0.8nm, 0.9nm, 1.0nm, 1.2nm	CVD: C ₂ H ₂ 61Pa 10sccm
真空度 2.5 × 10 ⁻⁵ Pa以下	合成温度: 730°C
	合成時間: 1min, 3min, 5min, 8min, 10min
	真空度 5.0 × 10 ⁻⁴ Pa以下

CNTのランプ加熱特性を測定するため、ハログランプを使用し、熱電対とIRカメラで基板の表面温度変化を測定した。作成した基板の条件は、アニール時間3.5min、鉄触媒膜厚1.0nm、合成時間2min, 4min, 8min, 10minのものを作製した。その後、それぞれアニール時間4.5min、合成時間3min、鉄触媒膜厚0.7nmと0.8nmの試料も作成した。

3. 実験結果・考察

・アニール時間、触媒膜厚変化のCNT高さ依存性

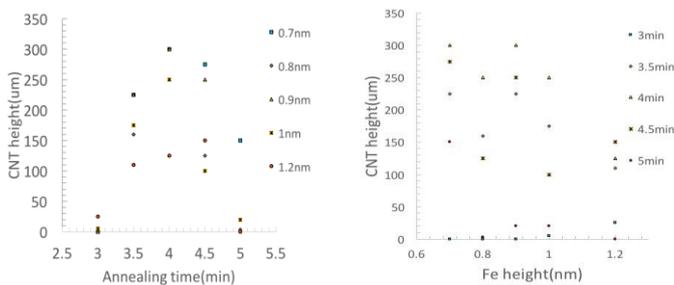


図1: Fe触媒膜厚(0.7nm~1.2nm)の試料について、合成したCNT高さのアニール時間依存性

図1のグラフからアニール時間4minで最も高いCNT高さ基板ができた。また、鉄触媒膜厚が0.7nm, 0.9nmで最も高いCNT高さの基板ができた。アニール時間4min、触媒膜厚0.7nm, 0.9nmでCNTが生えやすい触媒の大きさになるのではないかと考えた。

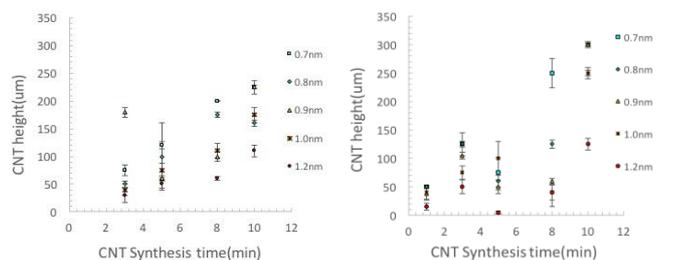


図3: アニール時間3.5minで固定した時のCNT成長高さの触媒膜厚依存性

図4: アニール時間4.0分で固定した時のCNT成長高さの触媒膜厚依存性

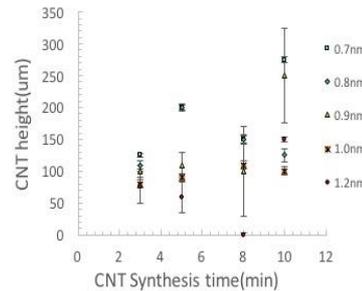


図5: アニール時間4.5分で固定した時のCNT成長高さの触媒膜厚依存性

アニール時間3.5minではCNTの成長速度はいいが膜厚を250nm以上にするにはどの鉄触媒量でも合成時間10min以上の合成が必要であることが分かった。アニール時間が4.5minの場合、合成時間10minで250umに到達する試料はあるが合成時間3minから10minの間でCNTの成長があまり見られない。合成時間3minの時点で膜厚が、他のアニール時間よりも安定して高いことから、アニール時間が長いと、短時間でより高いCNT膜厚を形成できるのではないかと考えた。

・ランプ加熱基板表面温度測定

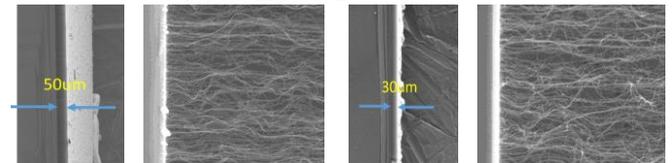


図6(a): 鉄膜厚0.7nm(110倍) 図6(b): 鉄膜厚0.7nm(30000倍) 図7(c): 鉄膜厚0.8nm(110倍) 図7(d): 鉄膜厚0.8nm(30000倍)

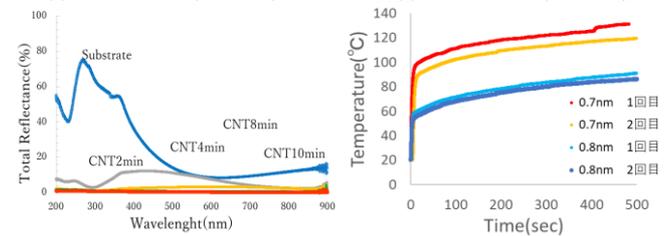


図8: 合成時間変化でのUV/VIS反射率依存性 図9: 鉄触媒膜厚0.7nm, 0.8nm試料の、ランプ照射下での基板表面温度の時間変化(IRカメラでの評価)

図8からCNTは可視紫外光をほとんど反射しないことが分かる。ランプ加熱評価との相関を考えると、CNTがランプの光を吸収または透過し、熱に変換していると考えた。膜厚が高いと基板表面温度が高くなったのは、膜厚が高いほど光が吸収または透過する距離、または吸収係数αに関係して、基板の温度が上昇したと考えられる。また、CNTが基板と垂直に生えることにより、基板の温度が上がりやすくなるのではないかと考えた。

4. まとめ

鉄のスパッタ量0.7nm~1.2nm間では0.7nm付近の薄い触媒膜厚でCNT高さが高くなる傾向にあった。アニール時間3min~5min間ではアニール時間4minでCNTの成長速度が高くなる傾向があった。CNTは膜厚が高いほど反射率が低くなることが分かった。また、CNT膜厚かCNT配向性のどちらかによって温度が上がりやすくなることが分かった。

参考文献

[1] V.-D. Dao and H.-S. Choi, "Carbon-Based Sunlight Absorbers in Solar-Driven Steam Generation Devices", Global Challenges (2018) 1700094. DOI: 10.1002/gch2.201700094