

シャッター導入マグネトロンスパッタによる触媒微粒子形成制御

1220152 圓井 太智 (先進エネルギーナノ材料研究室)

(指導教員 古田 寛)

【背景・目的】

CNT が基板上に高密度垂直配向成長した CNT フォレストは、その大きな比表面積を利用したセンサー電極や 2 次電池電極などへの応用が期待され、より高密度の CNT フォレスト合成方法が求められている。本研究では、触媒形状を制御することで、熱 CVD 法により高密度・小直径の多層又は単層 CNT フォレストを作製することを目的とする。これまで我々は、Fe/AlO 触媒の膜厚を制御することや合成前真空中アニール制御により 10～数 nm 直径の多層 CNT の作製を可能[1]としてきた、更なる高密度化、直径縮小には触媒形成時の微粒子の制御が必要と考えている。本研究ではターゲットを覆うシャッターの開閉する間欠スパッタにより微粒子の形状制御を試みた。

【実験方法】

シャッターの開閉をスパッタ開始、終了時として Fe 膜厚 0.8nm～1.2nm の試料を作製、その後アニールを行い AFM 観察により触媒微粒子の状態を評価した。これらの触媒微粒子に CNT を合成し、SEM 観察によって評価した。シャッターを自動化し繰り返しスパッタ(間欠スパッタ)を行い試料作製し、AFM 観察により触媒微粒子の状態を評価した。スパッタ中に酸素を微量導入することで真空度を調整し、各真空度での微粒子状態を比較した。

【実験結果】

Fe 膜厚を増やすことで触媒微粒子が小直径、高密度化していることが AFM 観察により確認できた。(図 1) 用いた触媒微粒子の小直径高密度化に伴い CNT は小直径高密度長尺化した。(図 2) 間欠スパッタで作製した触媒微粒子は、真空度が低くなるほど酸素分圧が上がるため XPS 評価で酸化が確認できた。触媒微粒子を AFM で観察し、低真空度ほど下地の小直径触媒が高密度化した。(図 3)

【考察・まとめ】

シャッターを用いたスパッタでは Fe 膜厚が厚いほど触媒微粒子が小直径高密度化し、CNT は小直径高密度長尺化した。これは開発したシャッターにより基板上に高エネルギーのプラズマが照射され、粒子の基板密着性が高くなり、凝集しにくい小直径触媒微粒子が形成されたと考えた。酸素分圧を上げると試料中酸素比率が上がり、下地小直径触媒微粒子は高密度化したことを観測した。Fe 粒子の酸化によりアニール時に凝集しにくい触媒が形成されたと考察した。

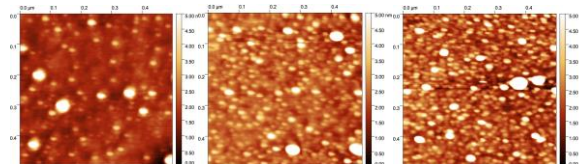


図 1: シャッタースパッタで作製した触媒微粒子(左から Fe 膜厚 0.8nm、1.1nm、1.2nm)

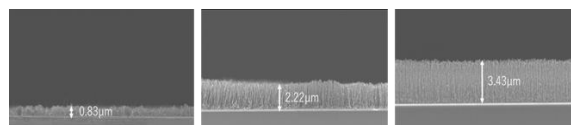


図 2: シャッタースパッタで作製した CNT(左から Fe 膜厚 0.8nm、1.1nm、1.2nm)

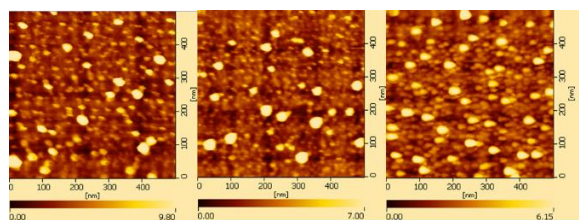


図 3: シャッター間欠スパッタで作製した触媒微粒子(左から真空度 1×10^{-5} Pa、 O_2 分圧 1×10^{-4} Pa、 O_2 分圧 1×10^{-3} Pa)

引用:[1]A. Pander, A. Hatta, and H. Furuta,

“Optimization of catalyst formation conditions for synthesis of carbon nanotubes using Taguchi method”, Appl. Surf. Sci. 371 (2016). 425-435.