

カーボンナノチューブ成長用 Fe/Ti, Fe/Al 触媒膜における 化学状態のその場温度依存性分析

In-situ temperature dependence analysis of chemical states in Fe/Ti and Fe/Al catalysts used for carbon nanotube growth

JASRI/SPRING-8¹, 連携研究体グリーン・ナノエレクトロニクスセンター/産総研² °高嶋 明人¹, 池永 英司¹,

室 隆桂之¹, 川端 章夫², 村上 智², 二瓶 瑞久², 横山 直樹²,

JASRI/SPRING-8¹, Collaborative Research Team Green Nanoelectronics Center (GNC)/AIST²,

°Akito Takashima¹, Eiji Ikenaga¹, Takayuki Muro¹, Akio Kawabata², Tomo Murakami², Mizuhisa Nihei²,

Naoki Yokoyama²,

E-mail: takashima.a.aa@spring8.or.jp

高密度・高配向の多層カーボンナノチューブ (MWCNT) は高い熱伝導率 (室温で数 1000 W/K m) を持つことが広く知られている。我々は、この高熱伝導特性に着目し、特に半導体チップの放熱材料への応用を目的として、触媒金属による熱 CVD 法を用いた高密度・高配向の多層カーボンナノチューブ (MWCNT) の開発を行っている[1]。熱 CVD 法による MWCNT の成長では、成膜温度における触媒金属の化学状態変化が MWCNT の密度や配向性に強く影響すると考えられるため、CNT 成長前の触媒金属の温度依存性を調査することは重要である。また、これまでの研究から、触媒金属 (Fe) 層下の下地金属 (Ti or Al) が Fe の酸化状態変化に影響を与えていることを見出している[2]。

本研究では特に酸化・還元における電子状態変化に着目し、放射光施設 SPRING-8 の BL47XU にて硬 X 線光電子分光 (HAXPES) を使い、バルク敏感な化学結合状態を調査した。Fig. 1 に室温、300℃、450℃ のそれぞれの温度で *in-situ* 測定した Fe 2p スペクトルを示す。全体として Fe の電子状態に大きな変化があることが分かる。室温においては、Fe (20 Å) /Ti (10 Å) /Si (以下 Fe20Ti10 とする) と Fe (20 Å) /Al (10 Å) /Si (以下 Fe20Al10 とする) のスペクトルでは 711 eV 付近の酸化 Fe ($\text{Fe}_2\text{O}_3\text{:Fe}^{3+}$) [3] のピークが大きく、707 eV 付近の酸化していないメタル Fe のピークが相対的に小さいことから、室温初期状態は強く酸化されていることが分かる。300℃では Fe20Ti10 では酸化していない Fe のピークが大きくなるが、Fe20Al10 では大きな変化が現れない。さらに 450℃では、どちらも酸化 Fe のピークはほぼ消失し、鋭いメタル Fe のピークが顕著に観測された。また Ti 2p、Al 1s および Si 1s の内殻電子状態も観測しており、これらの結果から Ti や Al 原子が酸化 Fe の O を吸収し、Fe 酸化状態の還元が促進していることが明らかとなった。

本研究は、日本学術振興会 (JSPS) の最先端研究開発支援プログラム (FIRST) により助成を受けたものである。

[1] M. Nihei et al., *IEDM Tech. Dig.*, 2012, pp. 797-800.

[2] 高嶋明人、他：2012年秋季第73回応用物理学会学術講演会 講演予稿集 11p-C2-3

[3] P. C. J. Graat et al., *Appl. Surf. Sci.* **100/101** 36 (1996).

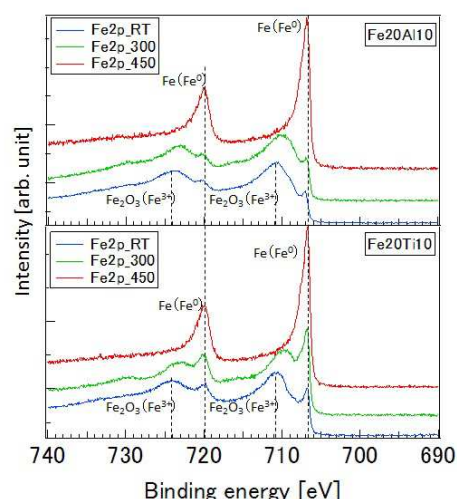


Fig. 1 触媒金属 Fe2p XPS スペクトルの温度依存性