オクタンチオール含有有機液体中での炭素系ナノ材料の合成

Liquid Phase Synthesis of Carbon Nanomaterials in the Mixture of Octanethiol and Octane

東洋大院理工 [1]、物材機構 [2]、東京高専 [3]、東洋大理工 [4]、°白石 理沙 [1]、白石 美佳 [1]、安藤 圭祐 [1]、安藤 寿浩 [2]、城石 英伸 [3]、相沢 宏明 [4]、小室 修二 [4]、蒲生西谷 美香 [4]
Toyo Univ. Grad. Sch.[1], NIMS[2], NIT, Tokyo College[3], Toyo Univ.[4], °Risa Shiraishi[1], Mika Shiraishi[1], Keisuke Ando[1], Toshihiro Ando[2], Hidenobu Shiroishi[3], Hiroaki Aizawa[4], Shuji Komuro[4], Mikka Nishitani-Gamo [4]
E-mail: mngamo@toyo.jp

1. 緒言

我々は、炭素系ナノ材料の新しい合成法として固液界面接触分解法 [1)]を開発し、合成研究を進めている。炭素材料の気相合成において、反応雰囲気中への H_2S 添加により、CVD 合成ダイヤモンドや CNT を構成する炭素原子が sp^3 構造をとりやすくなることが報告されている。本研究では、液相中の硫黄の存在が生成物に及ぼす効果を調べるため、触媒に Co および Ni、硫黄源に 1-オクタンチオール (1-Octanethiol; OcSH)を用いて合成を行い、生成物の形態、構造、および物性を調べた。

2. 実験

基板材料は、0.02 Ω cm 以下の n 型 Si (100)を用いた。触媒となる Co および Ni は、マグネトロンスパッタリング法を用いて基板に蒸着し、大気中において 10 min、900℃で酸化処理を行った。有機液体原料には、OcSH とオクタンの混合液体を用いた。OcSH は物質量比で 0-100%とした。触媒膜厚 6 nm、反応温度 800℃、反応時間 10 min で合成を行った。合成後の基板の表面状態および膜厚は走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。生成物の構造はラマンスペクトルを測定することで評価した。生成物の光学的バンドギャップを調べるため、紫外可視スペクトルを測定した。生成物の組成および化学結合状態を調べるため、XPS を測定した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に Co を用い、OcSH 100%で合成した生成物の断面 SEM 像を示す。合成条件により、緻密な薄膜および繊維状物質が得られた。Fig. 2 に生成物表面の XPS スペクトルを示す。薄膜からは、C、O、次いで S が検出された。Co 触媒を用いた生成物には酸素が少なく (3-4%)、触媒を用いなかった方は酸素がより多く (約 10%) 検出された。Co の有無に関わらず、OcSH 含有率が増加するに従って C1s のピークが高エネルギー側にシフトした。シフト量は、Co がある場合の方が大きかった。触媒に Co、原料に OcSH を用いた場合は、S2p の 168 eV あたりにピークが見られず、酸素と結合していないと考えられる。C1s の高エネルギーシフト量が大きいことからも、C-S 結合の存在が示唆される。

4. 参考文献

1) M. N.-Gamo, T. Shibasaki, H. Gamo, K. Nakagawa and T. Ando: Jpn. J. Appl. Phys., 46 (2007) 6329.

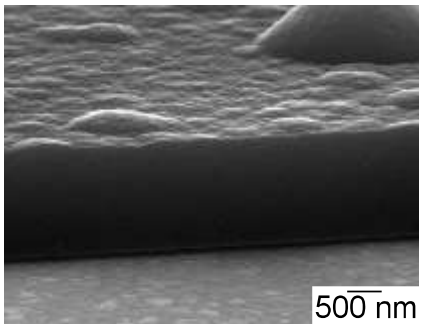

Fig. 1 SEM image of the grown material in OcSH 100% with Co catalyst.

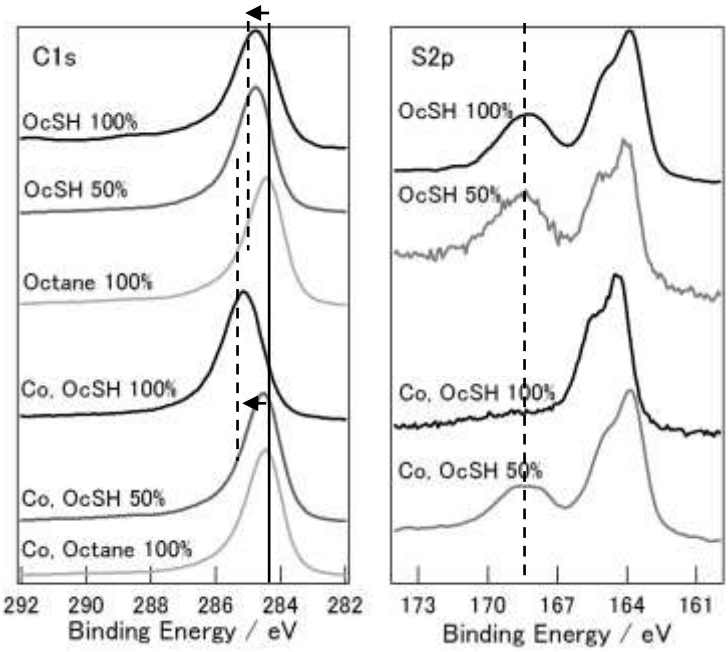

Fig. 2 XPS spectra of the carbon films.

© 2016年 応用物理学会