

## Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 担持層, Fe 触媒ナノ粒子, CNT の装置内連続 CVD プロセスを用いた 紡績性 MWCNT フォレスト合成

Spin-capable MWCNT forest synthesis by successive CVD process in one chamber  
including Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> supported layer, Fe catalyst nanoparticle and CNT deposition

○木下 聖也<sup>1</sup>, 苅田 基志<sup>2</sup>, 中野 貴之<sup>2</sup>, 井上 翼<sup>2</sup>, 長岡 宏一<sup>3</sup>

(1. 静大創造院, 2. 静大院工, 3. JNC 石油化学)

○T. Kinoshita<sup>1</sup>, M. Karita<sup>2</sup>, T. Nakano<sup>2</sup>, Y. Inoue<sup>2</sup>, H. Nagaoka<sup>3</sup>

(1.GSST, Shizuoka Univ., 2.Shizuoka Univ., 3.JNC Petrochemical Corp.)

E-mail: kinoshita@cnt.eng.shizuoka.ac.jp

【はじめに】本グループは、ミスト化学気相堆積(CVD)法と熱 CVD 法を組み合わせた装置内遂行型カーボンナノチューブ(CNT)フォレスト合成プロセスについて報告してきた [1]。本方法により、基板上に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 担持層を形成後、続けて Fe 触媒ナノ粒子を形成する。さらに連続的に CNT 成長に移行する。今回は、担持層形成、触媒粒子形成、CNT 成長の各ステップ条件をより最適化し、紡績現象を発現する CNT フォレストの合成を試みたので報告する。

【実験】アルミニウム(III)アセチルアセトナート(Al(acac)<sub>3</sub>) [2]のエタノール溶解液をミスト供給することによって SiO<sub>2</sub>/Si 基板上に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層を堆積した。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 前駆体溶液ミストをパージした後、フェロセン/エタノール溶液を同様にミスト供給することで、Fe 触媒ナノ粒子を形成した。フェロセン/エタノール溶液ミストをパージした後、CNT 原料ガスとしてアセチレンを用いた熱 CVD プロセスを行うことで CNT 成長を行った。

【結果】Figure 1(a)はミスト CVD 前の SiO<sub>2</sub>/Si 基板表面、(b)は Al(acac)<sub>3</sub>/エタノール溶液ミスト供給後の基板表面 AFM 観察像を示している。ミスト供給後の基板表面には粒状の物体が観測され、自乗平均粗さ(RMS)値も上昇した。また、X 線光電子分光法 (XPS) 測定によって Al 2p における Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 由来のピークが観測されており、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 膜が形成されていることが分かった。Fig. 1(c)は、フェロセン/エタノール溶液ミスト供給後の基板表面 AFM 像を示している。こちらも粒状の物体が無数に観測されており、Fe ナノ粒子が高密度に形成されているのが分かった。Fig. 1(d)は Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層及び Fe ナノ粒子ミスト CVD 後、CNT 成長ステップを行った後の基板上 SEM 観察像を示している。200 μm 程度の多層 CNT(MWCNT)フォレストが成長した。本プロセスでは、全工程を装置内で完結させるため、水素ガスなどを用いた還元ステップを必要とせず長尺な CNT フォレストの合成が可能である。また Fig. 2 に示したように、合成された MWCNT フォレストは紡績性を有しており、CNT の大型スケール応用への可能性が示唆された。将来的には、CNT 大量生産プロセスとして有効なロール to ロールプロセスへ展開可能な基礎技術として提案したいと考えている。

### 【参考文献】

- [1] 木下聖也 他, 2017 年第 64 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-P4-4.  
[2] T. Uchida, et al., App. Phys. Exp. 7 (2014) 021303.

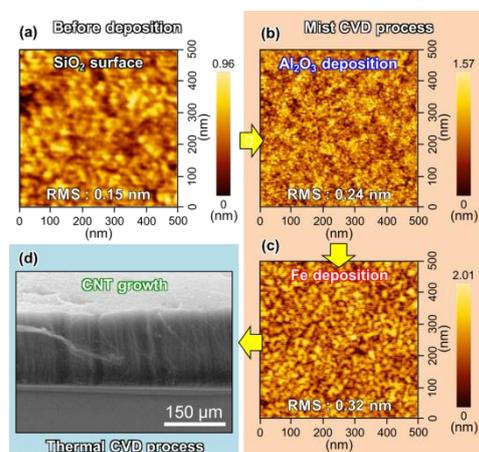


Fig. 1 AFM images of (a)SiO<sub>2</sub>/Si substrate surface before mist CVD, after mist CVD of (b)Al(acac)<sub>3</sub>/ethanol and (c)ferrocene/ethanol. (d)SEM image of grown CNT with thermal CVD process.

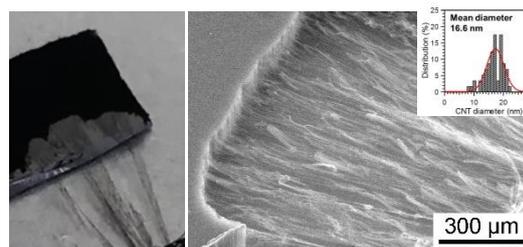


Fig. 2 A CNT web drawn out from a grown CNT forest. The inset shows histogram of the CNTs.