

塩化鉄を触媒前駆体を用いた多層 CNT 成長機構の研究

Study on MWCNT growth mechanism with FeCl₂ catalyst precursor

静岡大院工, ○(M1) 林 竜弘, 小松原 孝太, 苅田 基志, 中野 貴之, 井上 翼

Shizuoka Univ., °Tatsuhiro Hayashi, Kota Komastsubara, Motoyuki Karita, Takayuki Nakano,

Yoku Inoue

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

【はじめに】これまで我々はカーボンナノチューブ(CNT)の合成方法として塩化鉄を触媒前駆体として用いる塩化物介在化学気相堆積法 (Chloride Mediated Chemical Vapor Deposition : CM-CVD)を開発してきた。本方法は、CNT のフォレスト長、配向性、結晶性が高い点が特徴である。しかし、塩素の効果や CNT の成長メカニズムは明確に解明されていない。本研究では CNT 合成試料について、透過電子顕微鏡(TEM)を用いた断面観察を行い、CNT の成長メカニズムを詳細に調査した。

【実 験】Si 基板を 1100℃で一時間熱酸化した後、2×2.8mm に切り出して、幅約 100μm まで研磨した。CM-CVD 法を用いて、同基板上に CNT を合成した。CNT 合成条件は、温度 820 °C、圧力 20 Torr、FeCl₂120 mg、C₂H₂200 sccm、Ar300 sccm、成長時間を 2 分以下とした。CNT 合成後の試料を G-2 エポキシ樹脂により包埋し、再び幅約 100μm まで研磨した。研磨後、イオンスライサーを用いて、試料を約 100nm まで薄片化した。薄片試料の断面 TEM 観察より、触媒粒子と基板界面周辺を調べた。

【結 果】基板上に合成した CNT の断面観察 STEM 像及び EDS 像を Fig.1 に示す。基板表面には一様に鉄層が堆積しており、触媒先端は CNT 中空部に長く取り込まれている様子が観察される。それぞれ成長時間 30 秒、1 分、2 分で CNT を合成した断面観察試料の TEM 像を Fig.2 に示す。触媒先端は先鋭化しており、時間経過による CNT の成長に伴い、CNT 中空部への触媒の引き出しが進んでいることが分かった。また、成長時間ごとに基板表面の鉄層の様子が異なることが確認される。発表では、CNT 成長過程における触媒と基板表面の鉄層の挙動の関連性について議論する。

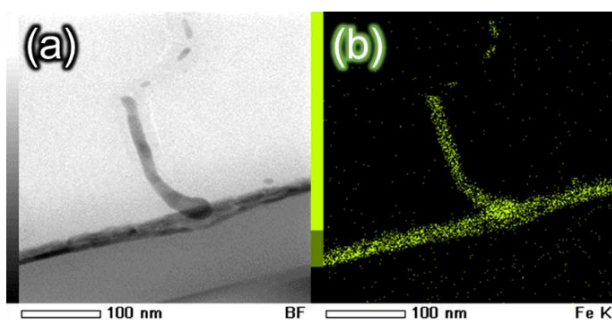


Fig1. Cross-sectional STEM image of a MWCNT grown on SiO₂/Si substrate with a growth time of 2min.
(a)STEM image (b)STEM-EDS image of Fe

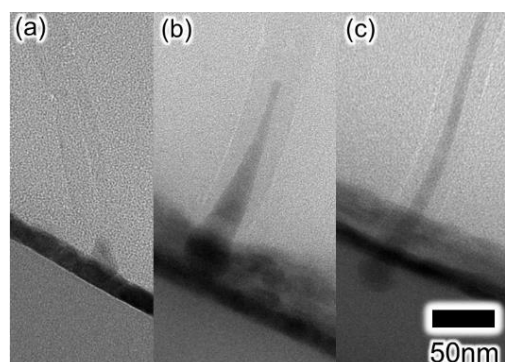


Fig2. Cross-sectional TEM image of a MWCNT grown on SiO₂/Si substrate with different growth times.
(a)30s (b)1min (c)2min