

X線吸収法による平坦基板上カーボンナノチューブ薄膜の密度測定

Density Measurement for Carbon Nanotube Thin-film Grown on Flat Substrates

リガク¹, 慶應大理工², 東レリサーチセンター³

〇表 和彦¹, 廣瀬 雷太¹, 今山 直也², 野田 啓², 遠藤 亮³, 杉山 直之³

Rigaku Corp.¹, Keio Univ.², Toray Research Center³

E-mail: omote@rigaku.co.jp

カーボンナノチューブを基板上に成長させると、一般に、基板面に垂直に配向した薄膜を形成する (Vertically-aligned carbon nanotube : VACNT)。これは、電子デバイス・各種センサー・熱伝導材・Supercapacitor など、多彩な応用の可能性がある材料であり、多くの研究が成されている¹⁾。VACNT の作製には、主に Co, Fe などの金属を触媒とした化学気相成長 (CVD) が使われ、さらに water-assisted CVD により、cm に及ぶ長さのものも報告されている²⁾。VACNT を実際に応用する上では、電気・熱特性などに強く影響する、『密度』を正しく測定することが極めて重要である。よく知られている密度測定方法の一つとして質量測定法が挙げられる。これは、基板の薄膜剥離前後の質量差を正確に測定し、膜の体積 (面積×厚さ) から質量密度を算出する方法で、膜厚の正確な値が要求され、また膜の均一性を仮定する必要がある。また、高分解能の TEM や SEM によって CNT を 1 本 1 本数える方法も考えられるが、時間をかけて計測しても、測定領域は限られ、信頼性の高いデータを得ることは難しい。

これに対し本研究では、X線透過率による密度測定方法を提案する。X線はよく知られているように、高い物質透過率を示し、また元素と X線のエネルギーで決まる質量吸収係数 μ/ρ の値も正確に分かっている。したがって、十分に平行化した X線を、図 1 のように基板に平行に透過させることができれば、その透過率から、次式により薄膜の密度を算出することができる。

$$I = I_0 \times \exp(-\mu/\rho \cdot \rho \cdot l)$$

ここで、 I_0 : 入射 X線強度、 I : 透過 X線強度、 l : X線透過長、そして ρ が質量密度である。本研究で採用した X線のエネルギーは 8 keV である。さらに、図 1 で示したような測定を行うためには、入射する X線は、十分に平行性が高く膜内を真っ直ぐ通過すること、そして I の計測には、膜内を透過した X線と、膜外を通過してきた X線を区別して、その強度を測定することが必要である。そこで、われわれは、そのような条件を満たす X線顕微鏡 (Rigaku nano3DX) を用いて測定を行った。そこで得られた画像を図 2 に示す。厚さ約 100 μm の膜内を通過して強度が減衰した X線と空気層を通過してきた X線が明瞭に観測されている。また、密度のみならず、膜厚や内部の不均一性についても有効な知見が得られることが分かった。この画像から、X線透過率 I/I_0 を求め、いくつかの成膜条件の異なる VACNT の質量密度を算出した。また同一試料に対し、質量測定法との比較も行い、整合する結果を得た。

参考文献 : 1) D. N. Futaba, *et.al.*, Nat. Mater. **5**, 987 (2006).

2) W. Cho, M. Schulz, and V. Shanov, Carbon **72**, 264 (2014).

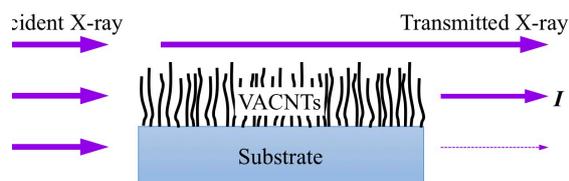


図 1. X線吸収による薄膜密度測定の方法

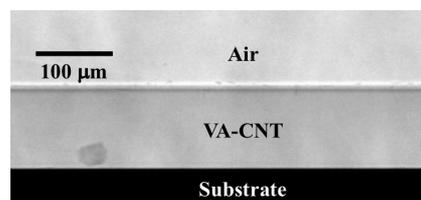


図 2. 薄膜を透過した X線の高分解能画像