

「高度情報処理・通信の実現に向けたナノファクトリーとプロセス観測」
平成14年度採択研究代表者

本間 芳和

(NTT物性科学基礎研究所 グループリーダー)

「カーボンナノチューブ形成過程その場観察と物性制御への展開」

1. 研究実施の概要

【研究のねらい】電子顕微鏡および分光学的手法を用いて、化学気相成長法(CVD)によるカーボンナノチューブ(CNT)の成長過程をその場観察する計測技術を開発する。これらによる成長初期過程やCNT構造物形成過程の解明を通じて、ナノチューブの成長制御・特性制御を実現する。

【構想】CNTは優れた電気・光学特性を有するナノ構造体であるが、構造や特性の制御が困難なため、実用的なデバイス材料として用いるには程遠い状況にある。本研究は、CVDによるCNTの成長初期過程およびCNT構造物(バンドル、架橋、ネットワーク)の形成過程を解明することにより、成長制御パラメータを確定しCNTの成長および特性制御の実現を目指すものである。これによりCNTを用いた光・電子集積デバイスの実現に寄与する。

【平成15年度の成果】

本チームは10月に発足し、この半年間、CVDその場観察用走査電子顕微鏡(SEM)の装置開発、その場観察に対応した各種観察・計測技術およびCNTの成長制御技術の検討を進めた。次年度以降の本格的研究に向けての基盤作りが主体であったが、SEM観察技術とCNT成長制御技術で波及効果の大きい成果(EBICイメージング、垂直配向単層ナノチューブ)が得られた。

(1) 電子顕微鏡装置開発(本間グループ、竹田グループ)

CVD成長その場観察用SEMの仕様検討と発注を行った。100 Paの圧力下での環境SEM観察および1 kV以下での低速SEM観察、アルコールやメタンを用いたCVD成長が可能な装置とした。次年度初期に導入し、その場観察の検討を行う。

環境制御型透過電子顕微鏡(TEM)については、ベースとなる機種の検討と、ナノ触媒粒子の形成過程観察を実現するための機能の検討を行った。また、気体分子が像分解能に及ぼす影響をシミュレーションにより評価し、CVD環境化におけるカイラリティのその場観察の見通しを得た。

(2) 観察・計測技術の検討(本間グループ)

直径が1 nm前後の単層ナノチューブ(SWNT)をSEMで動的に観察するためには、高い像コントラストを得ることが必要である。構造間に架橋したSWNTでは、低速の電子線を用いる

ことにより、鮮明な像が得られることを明らかにした。また、低速電子線を用いることができない低真空環境においても、架橋SWNTを吸収電流像により画像化可能であることを確認した。一方、絶縁体上に成長したSWNTのネットワーク構造では、電子線照射で誘起される絶縁体表面の導電性(EBIC)と、SWNTネットワークから供給される電子により、SWNTの周囲の絶縁体表面が高い収率で二次電子を放出するため、SWNTを明像として際立たせられることを見出した。

分光法による計測に関しては、顕微ラマン分光法、顕微フォトルミネッセンス法それぞれを用いて、同一の架橋SWNT一本の評価を可能とする構造の試料を製作し、併せて、TEMによる直接観察法も開発した。これにより、1本のSWNTの物性評価とカイラリティ評価が実現できる。

(3) CNT 成長制御技術の検討 (本間グループ、荻野グループ)

SWNTのCVD成長の低圧化を図るため、加熱したタングステンフィラメントによるメタンの熱分解を併用するホットフィラメント法を検討し、約1000 PaでのSWNT成長を実現した。また、エタノールを原料としたCVD法を導入し、更なる低圧化と、高密度CNTネットワーク形成法の検討を進めている。

SWNTの成長制御に関しては、これまで熱CVD法による成長では、架橋SWNTも含めて、基板表面に平行に成長するものだけが得られていたのに対し、初めて基板表面に垂直に、しかも、100~300 nmの長さのSWNTを孤立させて成長することに成功した。電子放出源や原子間力顕微鏡の探針、また、垂直素子構造への適用が期待できる。

【今後の見通し】H16年度は電子顕微鏡によるCVDその場観察に向けた装置開発を重点的に行う。これに、ラマン分光およびフォトルミネッセンス測定を組み合わせ、CNT架橋ネットワークの形成過程ならびにCNTの構造(カイラリティ)と触媒形態との関係を解析する。後期2年間には、これらの解析結果をもとにナノチューブの構造制御・特性制御へと展開するとともに、環境適応型走査プローブ顕微鏡の開発によるCNTを用いた高次構造デバイス・マシンのその場構築を実現する。

2. 研究実施内容

本間グループ

- ① 研究分担グループ長：本間 芳和 (NTT物性科学基礎研究所、グループリーダー)
- ② 研究項目：走査電子顕微鏡および振動分光によるその場観察・計測技術の開発
 - ・ナノチューブの低圧CVD成長法の開発
 - ・SEMその場観察技術の開発
 - ・振動分光法によるその場計測技術の開発

竹田グループ

- ① 研究分担グループ長：竹田精治 (大阪大学大学院理学研究科物理学専攻、教授)
- ② 研究項目：透過電子顕微鏡、走査トンネル顕微鏡を用いた成長初期過程の解析

- ・CVD環境下におけるCNTの透過型電子顕微鏡像のシミュレーション
- ・金触媒VLS法によりシリコンナノワイヤーの結晶成長速度の測定

荻野グループ

- ① 研究分担グループ長：荻野俊郎（横浜国立大学大学院工学研究院、教授）
- ② 研究項目：カーボンナノチューブ高機能化の研究
 - ・触媒形成と成長の基本条件に関する検討
 - ・CNT網の評価技術の立ち上げ