固相反応による鉄触媒からの CNT 形成その場観察

NEC 基礎・環境研究所 市橋 鋭也

Fig. 1 鉄微粒子が液体のようにピラーに侵入。軌跡にチューブが形成。

Fig. 2 鉄微粒子のテール部分の動きが遅いと竹の節状構造が形成。

Fig. 3 カーボンナノチューブの形成過程の模式図。

カーボンナノチューブは、特異な物性が期待され種々の研究が進められているが、応用に当って解決しなければならない課題は多い。課題の一つに、任意の場所に所望の特性を持つナノチューブを形成する技術の開発がある。

著者らはこれまでに、鉄を含むアモルファスカーボンピラーを真空中で 1073 K の熱処理を行うことにより、グラファイト化が起きることを見出している⁽¹⁾⁽²⁾。本報では、アモルファスカーボンピラーを TEM 中で加熱し、グラファイト化していく様子をその場観察した結果について報告する⁽³⁾。

観察用アモルファスカーボンピラーは、モリブデン製 TEM 用グリッド上にフェロセンガスをを用いた集束イオンビームデポジションにより作製した鉄を含むアモルファスカーボンの土台の上に、フェナントレンガスをを用いた電子ビームデポジションにより形成した。

このグリッドを TEM 用加熱ホルダーに載せ 870 K に加熱し、鉄を含むアモルファスカーボンの土台に鉄微粒子(〜10 nm)を析出させる。ドリフトが治まるまで 2 時間ほど待ってから 920 K まで温度を上げる。アモルファスカーボンの根元に来た鉄微粒子は、吸い込まれるようにピラーに侵入し、前方からカーボンを取

り込み後方にグラファイトを吐き出しながら先端へと進む。先端に到達すると動きを止める。この様子を記した一連の写真を Fig. 1 に示す。この際、鉄粒子は液体のように形を変えながら移動する。しかし、回折コントラストを示すなど、固体としての性質も持っていることが分かっている。また、鉄微粒子の移動(後部)が数百ミリ秒程度止まると後方に節状構造が形成される。Fig. 2 にこの節状構造形成過程を示す一連の TEM 写真を示した。これらの観察結果から、アモルファスカーボンのチューブ化は、固相→擬液相→固相という変化を経て生じたものと考えられる。Fig. 3 にチューブ形成過程を模式的に示した。

文 献

- (1) J. Fujita, M. Ishida, T. Ichihashi, Y. Ochiai, T. Kaito and S. Matsui: J. Vac. Sci. Technol., **B20**(2002), 2686-2689.
- (2) J. Fujita, M. Ishida, T. Ichihashi, Y. Ochiai, T. Kaito and S. Matsui: J. Vac. Sci. Technol., **B21**(2003), 2990-2993.
- (3) T. Ichihashi, J. Fujita, M. Ishida and Y. Ochiai: Phys. Rev. Lett., **92**(2004), 215702.

(2004年 8 月19日受理)

In-situ Observation of Carbon-Nanopillar Tubulization Caused by Liquid-like Iron Particles; Toshinari Ichihashi(Fundamental and Environmental Research Laboratories, NEC Corporation, Tsukuba)

Keywords: carbon nanotube, in-situ observation, iron catalyst, solid-quesiliquid-solid mechanism
TEM specimen preparation; grown on TEM grid TEM utilized; JEM-2000FXVII