

走査型アトムプローブ (3D-SAP) による CNT の分析

(金沢工大・化学系)

○谷口 昌宏、西川 治、竹谷 慎介、田中 慎哉

序 SAPとは、アトムプローブ(AP)を元にした実験手法であり、高電界による電子のトンネル現象を試料表面で起こさせ、脱離してくるイオン種を一つ一つ質量分析する手法である。^[1] これまでにカーボンナノチューブ(CNT)を含む種々の炭素材料についてSAPによる分析結果を報告してきたが^[2]、今回は単層ナノチューブ(Single Wall CNT; SWCNT)について新たな分析結果を示す試料が現われたことと、そのSWCNTについての3次元AP分析の結果を報告する。

試料 SWCNT試料は米国Rice大学Smalley研究所でCVD法によって合成されたものである。^[3] 提供されたSWCNT試料をそのまま精製、選別等の操作をせずにピンセットで取り出し、銀ペーストでタングステン針に固定したものを自作のSAP装置にマウントしてアトムプローブ測定を行った。

AP実験装置と測定 タングステン針に固定したSWCNT試料はマクロには綿毛状の塊であるが、ミクロにはSWCNT自体が極めてアスペクト比が高い線状の試料であるため、SAPによって電界電子放射特性、AP測定を問題なく行うことができた。

今回分析には二つのSAP装置を用いた。精密なマススペクトルの測定にはリフレクトロンを供えた1次元の装置を使用し、脱離イオンの方位分布を同時に記録する3次元測定は位置感知型検出器を備えた装置を用いて行った(飛行距離30cm, 検出面40mm×40mm)。なお、測定はいずれの装置においても電圧パルスでトリガーに用い、室温で行なった。

実験結果 Smalley研で合成されたSWCNTについてAP分析により得られた質量スペクトルをFig. 1に示す。C²⁺、C⁺、H⁺のイオンが主として検出されており、これら単原子イオンの検出数は他のクラスターイオンの検出数よりも卓越している。また、このSWCNT試料の分析結果は再現性が良いことも確認された。我々がこれまでに分析した種々のCNTでは単原子イオンの検出数とクラスターイオンの検出数にそれほど差がなかったことと対照的である。

3次元AP測定の結果をFig. 3に示す。図にはX-Y軸にC²⁺、C⁺、H⁺各イオンの検出位置をプロットし、Z軸方向には検出順序をプロットしている。C²⁺、C⁺、H⁺のイオン(右上図)および $m/z=15\sim 55$ amu.のイオン(右下図)の分布はほとんど重なっていることがわかる。しかし、いずれのイオンも試料の正面中央に偏って分布しており、Fig. 2に示すように、金属試料(タングステン)から脱離したW³⁺イオンが検出器の全面を一様に覆っているのと対照的である。このデータをもとにイオン相互の相関を詳細に検討する予定である。

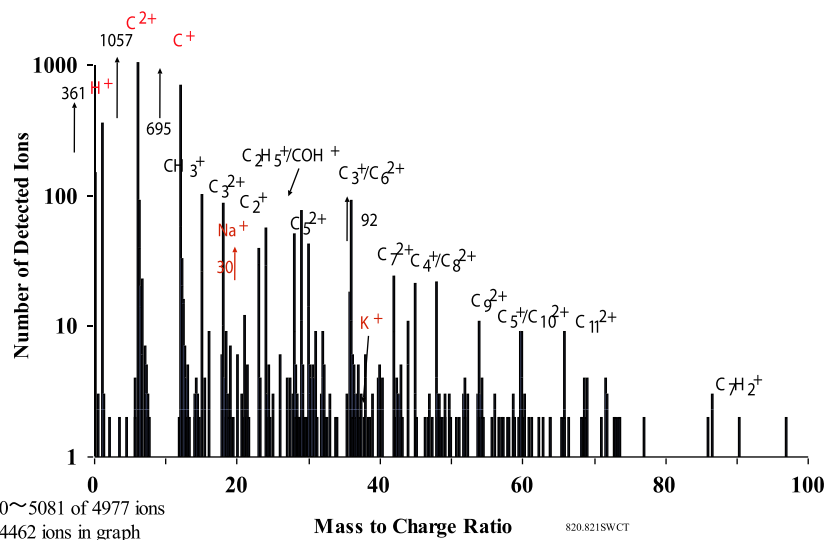


Fig. 1. Mass spectrum of SWCNT of Smalley Institute. Range of mass to charge ratio from 0 to 100 amu.

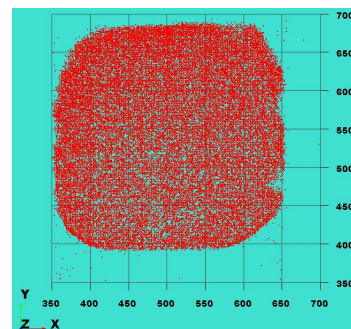


Fig. 2. X-Y distribution of W^{3+} ion detected by 2-D position sensitive ion detector. W^{3+} distributes homogeneously showing the detector window shape.

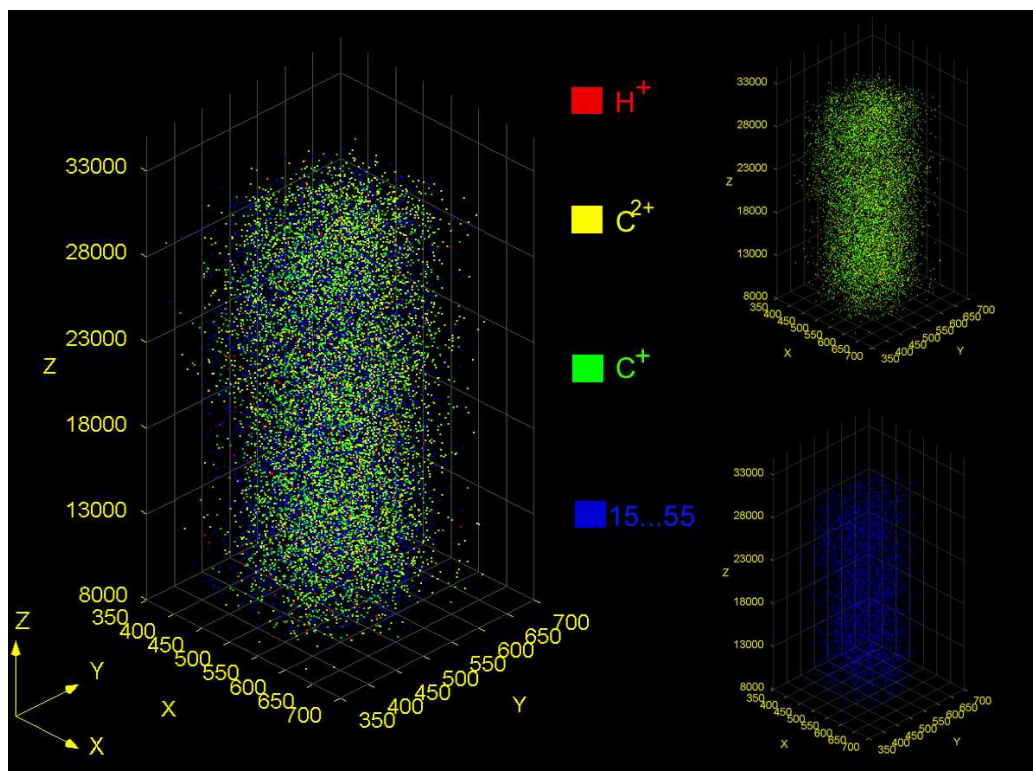


Fig. 3. Distribution of C^{2+} (yellow), C^+ (green), H^+ (red) ions field desorbed from SWCNT of Smalley Institute. The ions of 15-55 amu. are plotted by blue.

- [1] O. Nishikawa, M. Kimoto, M. Iwatsuki, and Y. Ishikawa, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B13** 599 (1995).
- [2] 分子構造総合討論会 2005(静岡) 3P129 「走査型アトムプローブによる CNT の分析」 (金工大・化学系) ○谷口, 西川, 最所, 長谷川
- [3] R. L. Carver, H. Q. Peng, A. K. Sadana, P. Nikolaev, S. Arepalli, C. D. Scott, W. E. Billups, R. H. Hauge, and R. E. Smalley, *J. of Nanosci. and Nanotechnol.*, **5**, 1035 (2005).