



超臨界流体法により合成されたフラワー状 MoS_2 エッジ構造の解析

小林 弘明¹, 中安 祐太¹, 永村 直佳^{1,2}, 本間 格¹

¹東北大学, ²物質・材料研究機構

キーワード : TMD, 超臨界流体, ナノ材料

1. 背景と研究目的

水素製造における白金代替触媒として期待される MoS_2 は, エッジリッチ構造化やナノシート化, MoSe_2 との固溶体化による触媒活性の向上が報告されている. 我々のグループでは, 超臨界流体プロセスと還元的合成法を組み合わせることによりエッジリッチ構造をもつ MoS_2 , MoSe_2 の高速, 低温合成を実現してきた. 本実験では, 超臨界流体プロセスで合成した MoS_2 の形態・構造を評価するため, Mo K -edge XAFS 測定により配位状態を調べた.

2. 実験内容

MoO_3 , S, NaBH_4 , EtOH をハステロイ製バッチ式リアクターに封入し, 400°C , 1 h 処理し MoS_2 を合成した. Mo K -edge XAFS 測定は試料と窒化ホウ素とを混合後に錠剤成型し, 透過法で測定した. 解析には Athena, Artemis¹ を用い, 第一配位圏(Mo-S)および第二配位圏(Mo-Mo)のフィッティングを行った.

3. 結果および考察

図 1(a)にバルク状 MoS_2 , (b)に超臨界エタノール中で合成した MoS_2 の p-RDF パターンをそれぞれ示す. 超臨界エタノール中で合成した MoS_2 はバルク状 MoS_2 と比較して第二配位圏の Mo-Mo に帰属可能なピーク強度が大きく減少した. 第一配位圏(Mo-S)および第二配位圏(Mo-Mo)におけるフィッティングの結果, Mo-S 配位数は 6.2(1), Mo-Mo 配位数は 3.5(1)と見積もられた. バルク状 MoS_2 の Mo-S および Mo-Mo 配位数は 6 であることから, 超臨界エタノール中で合成した MoS_2 にはエッジ部分が多く存在していると考えられる.

4. 参考文献

[1] B. Ravel, M. Newville, J. Synchrotron Rad. 12 (2005) 537–541.

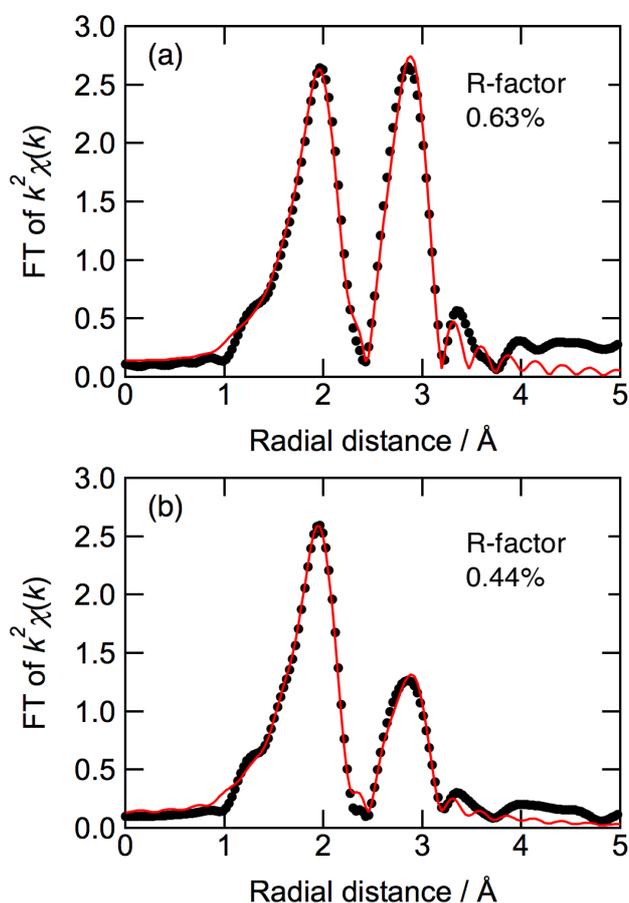


Fig. 1. Pseudo-radial distribution functions (p-RDF) obtained from the Fourier transform (FT) of k^2 -weighted EXAFS spectrum, where the k -range of the FT was $3.0\sim 14.5 \text{ \AA}^{-1}$ with a hanning window with 1 \AA^{-1} . (a) Bulk MoS_2 . (b) MoS_2 synthesized in EtOH under supercritical condition. Red curves represent the fitting curve of the first and second coordination shell analysis, where the radial distance range of the inverse FT was $1.4\sim 3.2 \text{ \AA}$.