



XPS および XAS によるウォール状炭素の化学状態解析

宮田 康史¹、国枝 洋尚²

1 名古屋工業研究所，2 株式会社広島

キーワード：ナノカーボン，XPS，XAS

1. 測定実施日

2017年9月26日 BL7U (2シフト)

2017年11月15日 BL7U (2シフト)

2. 概要

炭素材料は二次電池や燃料電池の電極にも多用され、近年ではナノチューブやグラフェンといったナノカーボン類に対して多くの研究がなされている。ナノカーボン類の研究では炭素材料の最も基本形ともいえるグラファイトと比較し、特性を明らかにしながら応用の検討が進められている。我々の研究グループでは配向性を制御しながらグラフェンが数十層積層したグラファイトの薄片を CVD にて作製し、二次電池電極などへ応用を進めている[1]。二次電池では電解液と電極である炭素材料が接するため界面の化学状態は重要になる。そこで我々は、作製した薄片状ナノカーボンの構造や電子状態を検討するために X 線光電子分光（以降、XPS）と X 線吸収分光（以降、XAS）を用いて物性評価を実施した。CVD で作製した薄片状ナノカーボンとの比較のために、高配向性熱分解グラファイト（HOPG：Highly oriented pyrolytic graphite：高配向性熱分解グラファイト）の測定もおこない化学状態を推定した。

3. 背景と研究目的

炭素材料は特異な物性を持つため、広く産業界で利用されている。我々の研究グループでは、これらの炭素材料のうち、導電性を持ち化学的に安定なグラファイト関連化合物としてナノウォールと称する薄片状ナノカーボンの作製技術に取り組んできた。グラファイト結晶は六方晶系の構造をとり、グラフェン面が積層している。グラフェン面は sp^2 炭素のみから構成され、端部に比べ化学的に安定である。一方、端部は sp^3 炭素からなる酸化物なども存在するが、原子または分子の層間への出入り口ともなる。HOPG では配向性が高くグラフェン面と端部とを分別することは可能であるが、CVD で作製したナノカーボンでは難しい。今後、これをセンサや二次電池電極へ応用するためにはカーボン表面の化学状態、電子状態の把握が必要となるため、XPS と XAS を用いて作製した薄片状ナノカーボンを調査した。

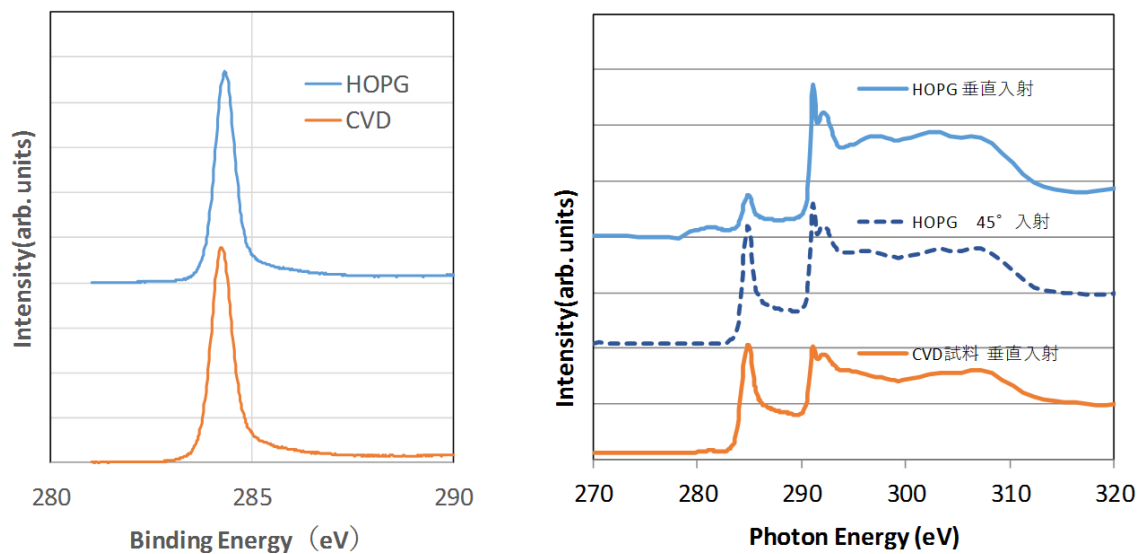
4. 実験内容

薄片状ナノカーボンを得るために開発した炭素材料用プラズマ CVD 装置を用いて試料を作製した。真空中に設置された平行平板間に高周波を印加し、メタンガス等をプラズマ化し基板(ステンレス)上にカーボンを堆積させた。この試料に対し、BL7U にて XPS および XAS 測定を行った。比較試料として HOPG を用いた。XAS 測定では X 線入射角を 90° とし、HOPG は 45° での測定も行った。

5. 結果および考察

Fig.1(a)に、上記 2 試料における XPS(C1s)測定結果を示した。両者のスペクトルは低エネルギー側に若干の差が見られたがスペクトルを sp^2 と sp^3 炭素に対応させることはできなかった。Fig.1(b)に XAS 測定結果を示した。既往の研究からスペクトルの同定を行った[2]。 $\pi^*C=C$ スペクトルが 285 eV 付近に確認され、 $\sigma^*C=C$ のスペクトルが 292 eV 付近に確認された。垂直 X 線入射測定では HOPG と CVD 作製試料ではスペクトルに差がみられたが、HOPG の 45° 入射の測定結果とは類似的であった。今後

はより詳細に電子状態や構造の検討を加えていきたい。



(a) 炭素 1s の XPS 測定結果

(b) XAS 測定結果

Fig.1 XPS と XAFS の結果 (HOPG および CVD 作製試料)

6. 参考文献

1. 宮田康史、大福誠、山田博史、田川智彦、「ナノカーボンを用いた二次電池電極の開発」、ケミカルエンジニアリング、61、893(2016)
2. A. V. Sokolov, E. Z. Kurmaev, J. MacNaughton, A. Moewes, N. A. Skorikov and L. D. Finkelstein, *J. Experimental and Theoretical Physics Letters*, 77, 108–111 (2003)