



Co 触媒からの単層カーボンナノチューブ生成過程 のその場 XANES 測定

丸山隆浩, 熊倉誠, 岡田拓也, 才田隆広
名城大学理工学部

キーワード：単層カーボンナノチューブ, XANES, 化学気相成長 (CVD) 法, 触媒

1. 背景と研究目的

単層カーボンナノチューブ(SWCNT)は、半導体にも金属にもなり得る上、高い電子移動度をもつことから、次世代のエレクトロニクス材料として期待されている。SWCNT の電子状態はそのカイラリティや直径などの構造に依存するが、SWCNT の完全な構造制御は未だ実現しておらず、エレクトロニクス応用の実現を阻んできた。SWCNT の構造制御の実現には、その成長メカニズムを理解することが重要であり、SWCNT 成長中の触媒粒子の状態を明らかにするため、これまで透過電子顕微鏡 (TEM) 観察を用いた“その場”測定が行われてきたが、ごく一部の触媒粒子のみしか分析できないという欠点があった[1, 2]。そこで我々のグループでは、SWCNT の成長中の触媒粒子の化学結合状態を明らかにするため、その場 X 線吸収端微細構造 (XANES) 測定を行っている。以前、650°C で SWCNT が生成中の Co 触媒が炭化物状態となっていることを報告した。本研究では、より低温での Co 触媒の化学結合状態を調べるため、SWCNT 作製温度を 550°C として、その場 XANES 測定を行った。

2. 実験内容

SiO₂/Si 基板上に、rf スパッタリング法を用いて Al を蒸着し、自然酸化により Al₂O₃ 層を形成した。この Al₂O₃ 層上に Co 触媒粒子を堆積させた基板を用いて、その場 XANES 測定を行った。本基板をその場 XAFS 測定用セル内に設置し、セル内部を真空排気した後、550°C まで加熱し、エタノールガスを 50 Pa 導入し、SWCNT の成長を行いながら、触媒粒子の Co K 吸収端の XANES 測定を行った。測定は、BL5S1 にて行い、7ch SDD を用いて蛍光 X 線の検出を行った。また、実験後、ラマン分光測定により、SWCNT の成長を確認した。

3. 結果および考察

Fig. 1 に、550°C に昇温後と SWCNT の成長開始後 64 分のその場 XANES スペクトルを示す。比較のため、参考文献 [3] に掲載された Co 金属、および Co₂C の XANES スペクトルを点線で示してある。昇温後には、ホワイトラインの鋭いピークが減少し、Co が還元されている様子が観測された。また、成長中の Co 触媒の XANES スペクトルでは、吸収端にプレピークの存在がみられたことから、Co 触媒の一部が炭化していると考えられる。以上から、SWCNT 成長中に Co 触媒粒子は炭化した状態で SWCNT の成長が生じていると考えられる。

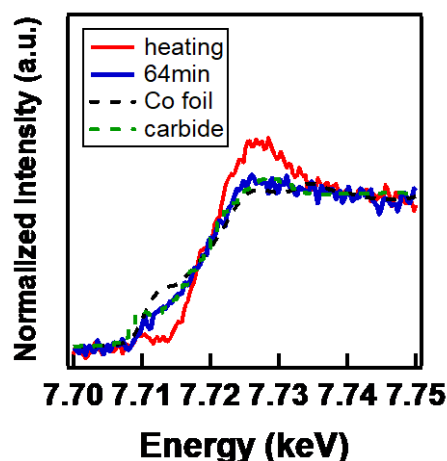


Fig. 1 SWCNT 成長中の Co 触媒粒子の Co K 吸収端の XANES スペクトル。比較のため、Co 金属、Co₂C のスペクトルを点線で示す。

4. 参考文献

1. H. Yoshida et al. *Nano Lett.* 8 (2008) 2082.
2. S. Hofmann et al. *Nano Lett.* 7 (2007) 602.
3. M. K. Gnanamani et al. *Catal. Today* 261 (2016) 40.