



その場 XAFS 測定による Co 触媒からの SWCNT 成長過程の分析

丸山 隆浩, 柄澤 周作, 永田 裕也, 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, EXAFS, 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、様々な優れた特性を有することから、多様な分野への応用が期待されている[1]。特に、SWCNT の電気的特性は、その構造 (直径・カイラリティ) により変化し、半導体にも金属にもなり得る上、半導体型ナノチューブの場合、そのバンドギャップも変化する。しかし、金属触媒粒子からの SWCNT 成長過程に関しては不明な点が多く、SWCNT の完全な構造制御は未だ実現していない[2]。本研究では、その場 X 線吸収微細構造 (XAFS) 測定により、SWCNT 生成中の触媒粒子の化学状態を分析し、その生成メカニズムを明らかにすることを目的とした。

2. 実験内容

Co 微粒子を BN 粉末と混合したペレットを作製し、その場 XAFS 測定用に用いた。本ペレットを、その場 XAFS 測定用 CVD 装置内に設置し、放射光がペレット中心付近に照射されるように位置調整を行ったのち、装置内の真空度が 2 Pa 以下になるまでスクロールポンプを用いて排気した。その後、Ar ガスを 1000 sccm 導入し、800°C まで加熱した。800°C に達すると同時にエタノールガスを 10, および 25 sccm 導入し、60 分間 SWCNT 成長を行った。以上の過程において、スキャン時間約 1 分として XAFS 測定を連続して行った。実験はビームライン BL11S2 において行った。

3. 結果および考察

図 1 (a) にエタノール流量 25 sccm のときの SWCNT が成長中の Co K 吸収端の XAFS スペクトルの XANES 領域を示す。また、比較のため、Co, CoO, および Co₃O₄ のスペクトルも示してある。図から、SWCNT 成長前は、成長が進むにつれて金属 Co のスペクトルに形状が近くなっていることが分かる。また、EXAFS 解析から Co-Co, Co-O, および Co-C の成分を算出したところ、図 1 (b) のようになった。成長初期には、Co-C の成分が支配的であり、Co 触媒粒子が炭化している様子が示唆されたが、成長時間が経つにつれ、Co 触媒が金属的になっていると考えられる。

4. 参考文献

1. S. Iijima, Nature **354**, 56 (1991).
2. F. Yang et al. Chem. Rev. **120**, 2693 (2020).

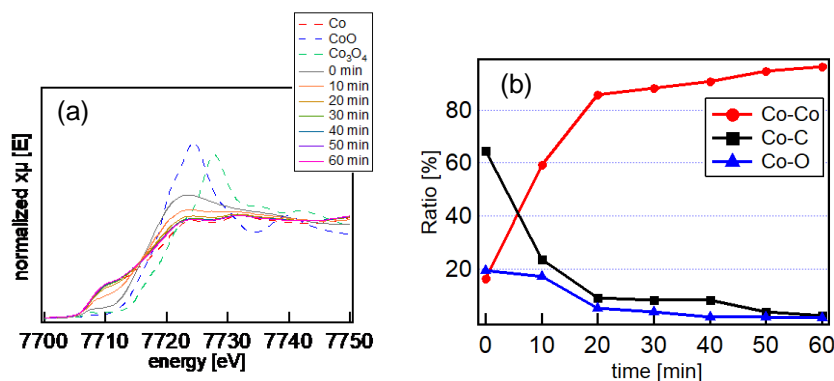


図 1 SWCNT 成長開始後の (a) XANES スペクトルの変化と (b) Co-Co, Co-C, および Co-O の各結合状態の成分の変化。