



Fe 触媒からの単層カーボンナノチューブ成長過程の その場 XAFS 測定

丸山 隆浩, 柄澤 周作, 松井 風香, 才田 隆広
名城大学

キーワード：カーボンナノチューブ, CVD, Fe 触媒

1. 背景と研究目的

単層カーボンナノチューブ(SWCNT)は次世代のエレクトロニクス材料として期待されているが、その電子状態は直径やカイラリティと密接に関係しているため、構造制御が課題となっている。構造制御の実現には SWCNT の成長メカニズムの理解が重要であるが、触媒粒子からの SWCNT 生成に関しては未だ不明な点が多い。これまで、我々は Co 触媒から SWCNT 成長に対し、その場 X 線吸収微細構造(XAFS)測定により SWCNT の成長過程の解明を行ってきた[1]。本研究では、その場 XAFS 測定により、アルコール CVD 法による SWCNT 成長時、および成長前の昇温時の Fe 触媒の化学状態の分析を行い、成長メカニズムの検討を行った。

2. 実験内容

硝酸 Fe を BN 粉末と混合し、その場 XAFS 測定用ペレットを作製した。このペレットを、その場 XAFS 用 CVD 装置のセル内に設置し、放射光がペレット中心に照射されるよう位置調整を行ったのち、装置内部の真空度が 2 Pa 以下になるまでスクロールポンプで排気した。その後、Ar/H₂ ガスを導入し、セル温度を 800°C まで加熱した。800°C に到達後、エタノールガスを導入し SWCNT 成長を行った。蒸気圧を十分に上げるため、エタノールはシリンダー容器に入れて 80°C に加熱し、気化させたものを用いた。SWCNT 成長を 10 分間行った後、エタノールガス供給を止め、降温した。XAFS 測定は、BL11S2 において Fe K 吸収端のスペクトル測定を行った。昇温中・SWCNT 成長中・降温中の全ての過程において行い、Quick モードで約 1 分間かけて測定を行った。

3. 結果および考察

図 1 (a)に Ar/H₂ 下で SWCNT が成長中に測定した XANES スペクトルを示す。比較のため、Fe 薄膜と FeO の XANES スペクトルを点線で示してある。昇温中、ホワイトラインのピーク強度が減少し、Fe 触媒が金属状態に近づき、還元が進行していることがわかる。しかし、以前行った Co 触媒を用いた場合のその場 XAFS 測定の結果と比較すると、Fe のほうが、価数が高い状態となっていることがわかった。この結果は、SWCNT 成長中、Fe 触媒が炭化していることを示唆している。また、成長後の試料のラマンスペクトルから SWCNT が成長していることが確認された。

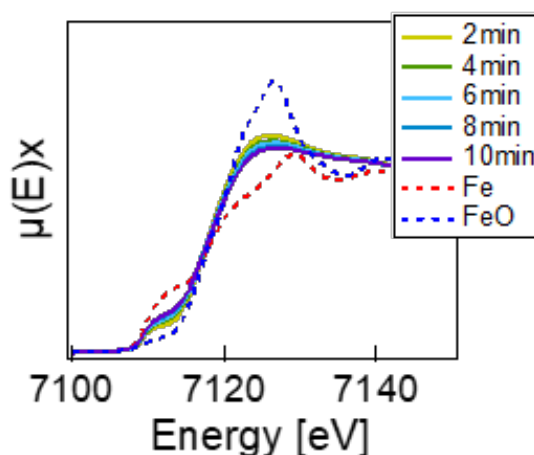


図 1 Ar/H₂ をキャリアガスに用いた場合の SWCNT 成長中のその場 XANES スペクトル

4. 参考文献

- 第 8 2 回応用物理学会秋季学術講演会
12a-N306-5, 柄澤他