



# Ni 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, 水野 慎也, 林 美初, 才田 隆広 名城大学

キーワード:カーボンナノチューブ, CVD, Co 触媒

### 1. 背景と研究目的

単層カーボンナノチューブ(SWCNT)の電子状態は、その構造(直径・カイラリティ)に依存するが、構造を完全に制御した選択成長はまだ実現していない。触媒粒子の状態が生成する SWCNT の構造決定に影響を与えると考えられているが、ナノサイズの触媒粒子の化学結合状態を決定するためには、SWCNT の成長中の、その場測定が不可欠である。これまで我々のグループでは Co や Fe 触媒から SWCNT が生成する過程の触媒の化学状態を、その場 XAFS 測定により調べてきた[1]。本研究では、Ni 触媒からの SWCNT 成長に対し、その場 XAFS 測定を行い、SWCNT 成長中の Ni 触媒の化学状態を調べた。

## 2. 実験内容

硝酸 Ni を BN 粉末と混合し、その場 XAFS 測定用ペレットを作製した。この試料を、BL11S2 に設置した XAFS 測定用セル内に取り付け、2 Pa 以下の圧力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  $800^{\circ}$  Cまで加熱した。 $800^{\circ}$  Cに到達後、エタノールガスを導入し、SWCNT 成長を行った。10 分間エタノールガスを供給したのち、供給を止め、Ar ガス雰囲気下で降温した。昇温中,成長中、冷却中の各過程に対し、Ni K 吸収端の XAFS スペクトルを、Quick XAFS モードで、約 1 分間ごとに XAFS 測定を行った。

#### 3. 結果および考察

図1にエタノールガスを供給しSWCNT成長中のNi K 吸収端 XAFS スペクトルを示す。比較のため、Ni 箔、NiO、および Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>の XAFS スペクトルも図中に示している。800℃に昇温中、Ni 触媒は還元され、ほぼ金属状態になっていることが、その場 XAFS 測定から示されたが、SWCNT 成長中も Ni 触媒が金属状態となっていることが、本測定より明らかとなった。Co 触媒の場合は、炭化された触媒粒子から SWCNT が成長していたのに対し、Ni を触媒に用いた場合、金属状態の触媒から SWCNT が成長していることがわかった。この結果は、理論シミュレーションによる結果と同じ傾向であった[2]。

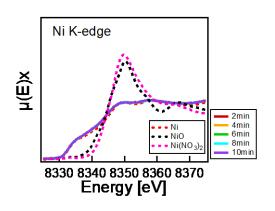


図 1 SWCNT 成長中の Ni 触媒のその場 XAFS スペクトル

## 4. 参考文献

- 1. S. Karasawa et al. Chem. Phys. Lett. 804 (2022) 139889.
- 2. Y. Okamoto et al. J. Comput. Theor. Nanosci. 8 (2011) 1755.