



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¹, 柄澤 周作¹, 水野 慎也¹, 林 美初¹, 才田 隆広¹
¹名城大学

キーワード：カーボンナノチューブ, CVD, Ni 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 BN 粉末に Co や Fe 触媒を担持し、触媒粒子から 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、新たに Ni を触媒に用いた場合の 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°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。10 分間エタノールガスを供給したのち、供給を止め、Ar/H₂ 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 800°C まで昇温中の Ni 触媒に対して測定した Ni K 吸収端の XAFS スペクトルを示す。比較のため、Ni 箔、NiO、および硝酸 Ni のスペクトルも図中に示す。吸収端より高エネルギー側に現れるホワイトラインのピーク強度が、温度が高くなるにつれ、徐々に弱くなっていることがわかる。これは、作製後の Ni 触媒が酸化物であったのに対し、Ar/H₂ ガス雰囲気中での加熱により、還元されていることを示す。800°C に昇温後のスペクトルは、Ni 箔に似た形状を示し、金属 Ni の成分が含まれていることを示唆している。

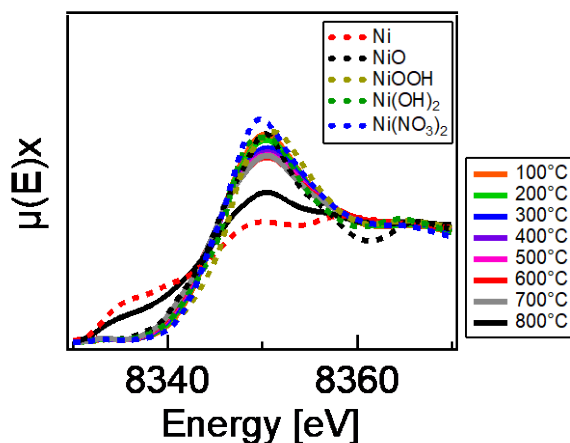


図 1 昇温中の Ni 触媒のその場 XAFS スペクトル。

4. 参考文献

1. S. Karasawa et al. Chem. Phys. Lett. 804 (2022) 139889.