



昇温中の Ru 触媒に対するその場 XAFS 測定

丸山 隆浩，堀内順平，木村隼大，Kamal Sharma
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

これまで我々のグループでは Co や Fe 触媒粒子から単層カーボンナノチューブ（SWCNT）が生成する過程の触媒の化学状態を透過法による，その場 XAFS 測定により明らかにしてきた[1]。一方，白金族元素を触媒に用いて SWCNT 合成を行った場合，細径の SWCNT が生成することが知られている。そこで，本研究では Ru を触媒に用いた SWCNT 合成において，触媒の化学状態と SWCNT 生成との関係を調べた。

2. 実験内容

塩化 Ru を水に溶解したのち，アルミナスラリーと混合し，焼成・粉砕したのち，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℃まで加熱した。800℃に到達後，純水素の供給を停止しエタノールガスを導入し，SWCNT 成長を行った。10 分間エタノールの供給を行った後，供給を停止し，降温した。昇温中，成長中，冷却中の各過程に対し，Fe 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

昇温中に測定した Ru K 吸収端の XAFS スペクトルの EXAFS 領域の振動構造をフーリエ変換して得られた動径構造関数（RSF）を図 1 に示す。200℃以下では Ru の酸化物に由来する Ru-O の結合距離にピークがみられたが，300℃以上では Ru-Ru の結合距離にピーク位置がシフトした。Ar/H₂ ガス中の昇温により，金属状態の Ru になったと考えられる。本実験では 800℃に昇温後，エタノールガスを導入し SWCNT 生成を行ったが，実験後の試料に対し，ラマン分光により分析したところ，SWCNT が生成していることが確認された。すなわち，SWCNT 生成において Ru 触媒は，反応前に金属的な状態となっていることがわかった。

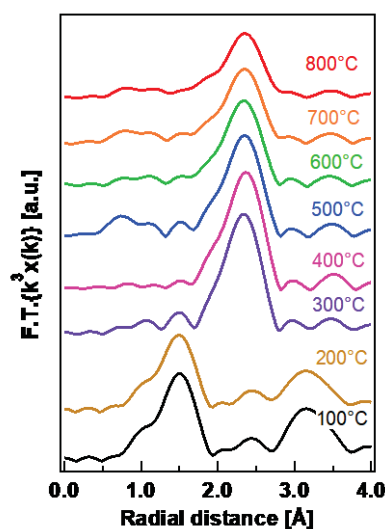


図 1 昇温中の Ru/Al₂O₃ 触媒の Ru K 吸収端その場 XAFS スペクトルから得られた動径構造関数。

4. 参考文献

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