



昇温中の Ir 触媒に対するその場 XAFS 測定

丸山 隆浩, 堀内順平, 木村隼大, Mana Selvaraj, Kamal Sharma
名城大学

キーワード：カーボンナノチューブ, CVD, Ir 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 Ir 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 Ir を水に溶解したのち、シリカスラリーと混合し、焼成・粉碎したのち、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、Ir L₃ 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 Ir L₃ 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 Ir の酸化物に由来する Ir-O の結合距離にピークがみられたが、400℃以上では Ir-Ir 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 Ir 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 Ir 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。

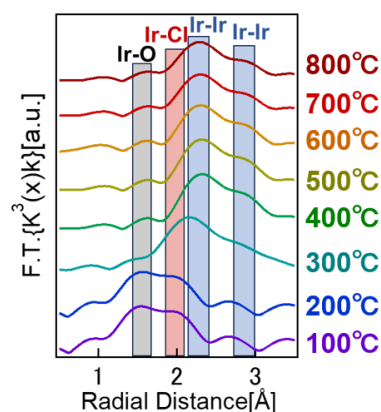


図 1 Ir 触媒の昇温時の Ir L₃-edge XAFS スペクトルの RSF

4. 参考文献

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