

その場 XAFS 測定による CVD 法における Co 触媒からの単層カーボンナノチューブの成長過程の解明

In-situ XAFS Study on Growth Process of SWCNTs

from Co Catalysts by CVD Method

名城大理工: 横川 小葉子(B), 山本 大貴(B), 才田 隆広, 丸山 隆浩

Meijo Univ.: Sayoko Yokogawa, °Daiki Yamamoto, Takahiro Saida, Takahiro Maruyama

E-mail: takamaru@meijo-u.ac.jp

[はじめに] 単層カーボンナノチューブ(SWCNT)は、半導体にも金属にもなり得る物質で、その電子状態はカイラリティや直径に依存する。CVD 法による SWCNT の作製では、直径およびカイラリティは触媒粒子径のほかに炭素固溶度が関係しており、触媒種や成長温度によって触媒粒子の状態が多様に変化することから SWCNT の完全な構造制御は未だ実現していない。触媒粒子の状態を知るためには SWCNT 成長中のその場測定が不可欠であり、過去に TEM や Raman などのその場測定が行われてきた[1, 2]。一方、通常作製条件に近い条件下でその場測定を行なうため、我々のグループでは、蛍光収量法を用いてその場 XANES 測定を行っており、550℃で SWCNT 成長中の Co 触媒粒子が一部炭化物の状態になっていることを観測した[3]。本実験では、より詳細な Co の化学結合状態を知るため透過法を用いたその場 XAFS 測定を行った。

[実験] BN 粉末に酢酸コバルト四水和物を混合し、焼成後の粉末をペレット成型した。この試料を用いて SWCNT 成長中の Co 触媒粒子のその場 XAFS 測定を行った。作製したペレットをその場 XAFS 用セル内に設置し、真空排気した後、800℃まで加熱し、エタノールガスを 100 sccm 導入し 30 分間 SWCNT 成長を行いながら触媒粒子の Co K 吸収端の XAFS 測定を行った。測定はいちシンクロトロン光センターの BL5S1 にて透過法を用いて行った。また、測定後、SWCNT 成長の様子をラマン分光法により評価した。

[結果] Fig.1 (a)に室温と加熱中の(b)にエタノール導入中の Co K 吸収端の XANES スペクトルを示す。室温では 7723eV 付近に White-line がみられ酸化状態にある。昇温につれてピーク強度が減少し還元状態となった。成長中においてもスペクトル変化は見られず、ほとんどの Co が金属に近い状態であることが示唆された。

謝辞 本研究の一部は私立大学研究ブランディング事業“新規ナノ材料の創製による名城大ブランド構築プログラム”，および、科研費基盤研究(B)19H02563 の支援を受けて行なった。また、Co₃C の作製では名城大学理工学部永田央教授にご協力いただきました。

[1] H. Yoshida et al. Nano Lett. 8 (2008) 2082.

[2] S. Hofmann et al. Nano Lett. 7 (2007) 602-608.

[3] 熊倉誠他, 2017 年秋応物 7a-C11-2.

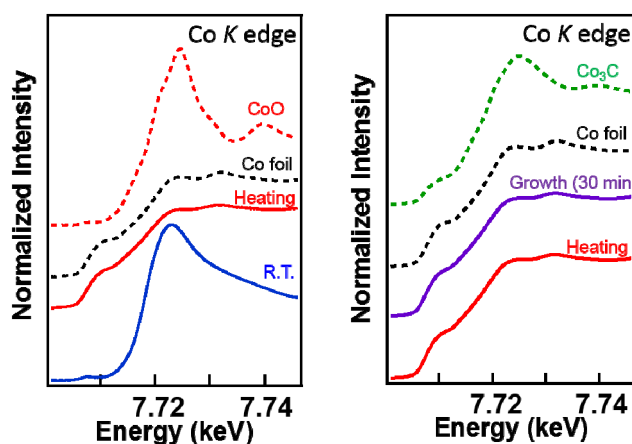


Fig. 1 (a)室温と加熱中、および、(b)SWCNT 成長中の Co K 端 XANES スペクトル