



カーボンナノチューブ細孔中に閉じ込めた金ナノ粒子に対する XRD からの検討

Fitri Khoerunnisa¹, 二村竜祐² 金子克美²

¹Chemistry Department, Indonesia University of Education

²信州大学 先鋭領域融合研究群 環境・エネルギー材料科学研究所

キーワード：金ナノ粒子, XRD, カーボンナノチューブ

1. 背景と研究目的

金ナノ粒子は近年エレクトロニクス、センサー、プローブ及び触媒等様々な分野で応用が期待されている。金ナノ粒子の合成は四塩化金(III)酸を溶液中で還元する方法が一般的であるが、サイズとして数十ナノメートル程度の粒径を持つ球状粒子が得られる。これよりも小さなナノメートル及びサブナノメートルサイズの金ナノ粒子を得ることは、触媒活性などの応用の観点から非常に興味もたれる。また金ナノ粒子のサイズが 10 nm よりも小さくなると融点がバルクと比べ低温化することが知られており [1]、その特異性は科学的にも非常に重要である。

我々はカーボンナノチューブを始めとする多孔性カーボン材料の有するナノ細孔を反応場として用いることで、金ナノ粒子のサイズ及び構造制御を行うことを試みた。これらのナノ細孔中では空間的な制限のため成長できる粒子サイズが細孔径サイズ程度に抑えられるのに加え、nanoconfinement 効果のためにナノ細孔中で形成する分子集団はバルクとは大きく異なる構造周期性を有すると考えられる。本研究では、カーボンナノチューブ細孔中で合成した金ナノ粒子についてシンクロトロン X 線回折測定によりその構造について検討を行った。

2. 実験内容

カーボンナノチューブには東レ(株)社製の二層カーボンナノチューブ(DWCNT)を用いた。723 K にて酸化処理を行った DWCNT を四塩化金酸水溶液(10 ppm エタノール含有)に含浸し、298 K にて 3 日間超音波処理を行った。その後、1 M HCl 水溶液で洗浄し、超遠心分離によって金含有 DWCNT (以下、Au-DWCNT)を得た。得られた Au-DWCNT は XRD 測定用のボロシリケートキャピラリ(直径 0.7 mm)に入れ、加熱真空乾燥後(373 K, 2 h, 0.1 Pa <)封管し、あいち SR の BL5S2 ビームラインに持ち込み XRD 測定を行った(波長 $\lambda = 0.7997$ nm)。

3. 結果および考察

Fig.1 (a) に Au-DWCNT (赤) の XRD プロファイルを示す。Fig.1(a)には比較のために、DWCNT の XRD プロファイル(黒)も示してある。Au-DWCNT の XRD プロファイルでは、DWCNT のものと比べナノチューブ間のバンドル構造に由来する 4.8° のピーク強度が減少した。さらに Au-DWCNT ではナノチューブ細孔中に形成された金ナノ粒子の構造に由来すると考えられる 13° のブロードなピークの強度が増加した。これらのことは、我々の調製法によって DWCNT 細孔中において金ナノ粒子が調製できたことを意味している。

しかしながら、Fig.1(b)から明らかなように、得られた Au-DWCNT にはバルクの金に由来する回折ピークも確認できる。このことは、我々の調製法では DWCNT 細孔内だけでなく外表面にも金粒子が生成してしまうことを意味している。今後は調製溶液の濃度の変更及び調製後の洗浄条件の検討によって、DWCNT 細孔中のみ Au ナノ粒子を形成できる条件を決定することを計画している。

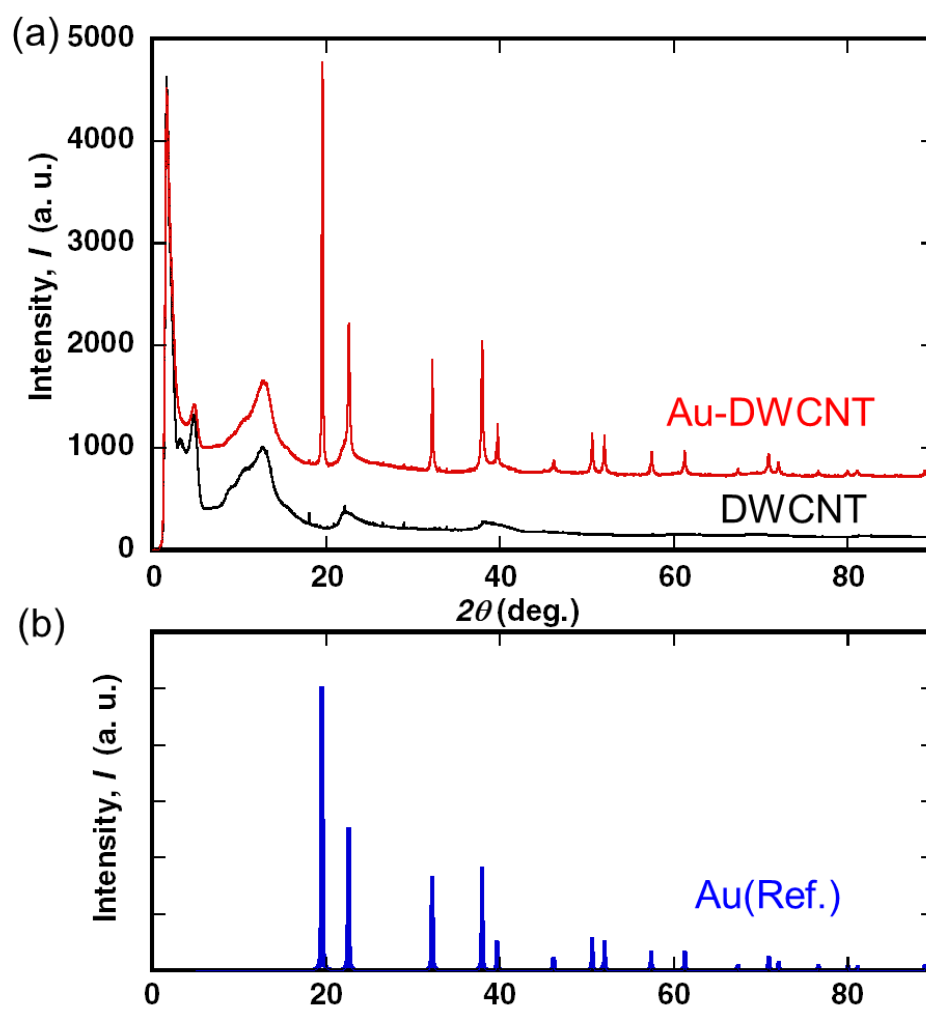


Fig.1 (a) Au-DWCNT の XRD プロファイル
 (b) バルクの金の XRD プロファイル

4. 参考文献

[1]Ph. Buffat and J-P. Brorel *Phys. Rev. A* 1976 13, 2287