



# ナノダイヤモンドが形成する会合状態に対する SAXS 測定からの検討

二村竜祐, 金子克美

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：ナノダイヤモンド, SAXS, 粒子サイズ分布, 構造シミュレーション

## 1. 背景と研究目的

ナノダイヤモンドの粒子は  $sp^3$  骨格からなる球状の核の周りを  $sp^2$  カーボンが殻を形成しており、その一次粒子が複数集まった会合構造を形成している。この会合構造に由来して、メソ孔からウルトラマイクロ孔までの粒子間隙が存在しており、分子やイオンの吸着が起こる[1]。ナノダイヤモンドはダイヤモンド骨格由来の高い硬度や化学的・熱的安定性に加えナノ構造由来の親水性・吸着性を有しており、表面コート剤やドラッグデリバリーなどの応用が期待されている。しかしながら、その特有用性に関係するナノダイヤモンドの会合構造についての理解はこれまでに十分には行われてこなかった。

本研究ではサイズの異なるナノダイヤモンドについて小角 X 線散乱測定を行い、その小角 X 線散乱プロファイルについて詳細に解析することにより、ナノダイヤモンドの会合状態について解明を行った。

## 2. 実験内容

ナノダイヤモンドはガラスキャピラリ (径 0.7 mm, 厚み 0.01 mm) に入れ、前処理 ( $< 0.1$  Pa,  $350^\circ\text{C}$ , 2 h) を行った後、封じ切ることで外気と遮断し、AichSR の SAXS ライン BL8S3 に持ち込んだ。X 線の波長は 0.092 nm であり、検出器には 2D ディテクターであるイメージングプレートを用いた。測定後 FIT2D ソフトウェアにより 2次元データを 1次元データに変換した。測定  $Q$  範囲は  $0.11 \text{ nm}^{-1} < Q < 4.5 \text{ nm}^{-1}$  である。

## 3. 結果および考察

Fig.1 に測定を行ったナノダイヤモンドの SAXS プロファイルを示す。ナノダイヤモンドは直径が 5 nm 程度の一次粒子が集まった二次粒子を形成している。小角散乱プロファイルはその多分散性を反映しており、 $Q$  の増加により急激に減少する曲線となる。黒及び赤はそれぞれ異なるサイズ分布を有するナノダイヤモンドの SAXS 測定の結果であり、サイズ分布の違いのために曲線の形状が異なると考えられる。

我々は、これら小角散乱プロファイルを再現する粒径分布を求めるために、粒径分布と小角散乱プロファイルの関係式を導出した。これにより、測定した SAXS プロファイルからナノダイヤモンドの粒径分布を求めることに成功し、現在その詳細については一般誌に論文を提出中である[2]。我々の結果で非常に重要な点は、高分解能 TEM 画像から求めたナノダイヤモンドの粒径分布と、小角散乱により得られた結果が非常に良い一致を示すことである。これらのことは TEM 測定では粒径分布の統計を取るのに 100 枚程度の TEM 画像が必要であったが、SAXS 測定では 10 分程度の測定によって決定できるということを示している。多くの応用が期待されるナノダイヤモンドの会合状態に対する研究が今後より加速すると予測される。

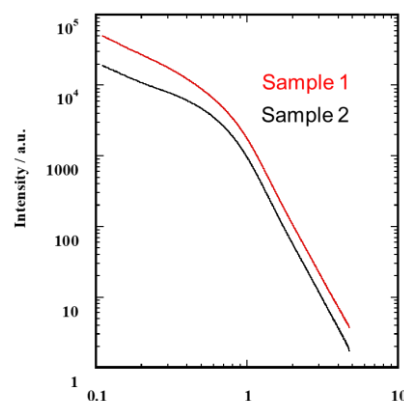


Fig.1 異なるナノダイヤモンドの SAXS プロファイル

## 4. 参考文献

1. E. Z. Pina-Salazar, R. Kukobat, R. Futamura, T. Hayashi, S. Toshio, E. Ōsawa, K. Kaneko Carbon (2018) 139, pp 853-860
2. P. Kowalczyk, E.-Z. Pina-Salazar, J. J. K. Kirkensgaard, A. Terzyk, R. Futamura, T. Hayashi, E. Osawa, K. Kaneko, A. Ciach *J. Phys. Chem. C* in revision