



糖由来カーボン多孔質材料の放射光 X 線透過小角散乱測定による構造解析—その 3

久保 史織
産業技術総合研究所

キーワード：多孔質カーボン、糖、水熱合成、規則ナノ構造、液晶、ブロック共重合体

1. 背景と研究目的

サステイナブルなカーボン材料合成として、糖を原料とした水熱合成の研究が近年進められている。本水熱合成において、両親媒性ブロック共重合体の形成する液晶相等をテンプレートとして用いることで、糖由来カーボン材料に階層性や規則性ナノ構造が付与される。これに対し実験者らは、水熱条件等の制御によるカーボンのナノ構造制御を行っている。しかしながら糖の水熱反応における構造形成は未だ不明な点が多く、ナノ細孔構造の制御性の向上に向けては、その過程を詳細に理解することが求められる。そこで本実験では、本水熱合成において、1) ポリエチレンオキシド(PEO)-ポリプロピレンオキシド(PPO)-ポリエチレンオキシド(PEO)ブロック共重合体をテンプレートとして合成されるキュービック規則細孔多孔質カーボンに焦点を当て、^[1] 反応途中で得られるゲル状生成物および固体沈殿物に対して放射光透過小角 X 線散乱測定を行い、異なる水熱処理時間に対してそれらの秩序ナノ構造の変化を追う。また 2) 上述とは異なるブロック共重合体を利用して得られるラメラ様繰り返し構造を有するカーボン構造体について、放射光透過小角 X 線散乱測定によりその詳細な構造解析を行う。

2. 実験内容

カーボン粉末サンプルおよび各反応時間後に取り出されたゲル状サンプルを市販のポリイミドフィルム(Kapton®)で挟み、サンドイッチ構造の試料セルを用意した。本試料セルをビームライン設置のサンプルホルダーにセットし、六連サンプルチェンジャーに装着して実験を行った。透過散乱光は PILATUS 100K を用いて検出し、二次元散乱パターンおよび、散乱ベクトル $q[\text{nm}^{-1}]$ に対する一次元散乱強度パターンを得た。

3. 結果および考察

Fig.1 は、糖を炭素源とし、PEO-PPO-PEO ブロック共重合体をテンプレートとした水熱合成において、反応 12 時間後および 24 時間後のゲル状生成物の小角散乱パターンである。*in-situ* 測定ではないため、得られたパターンは水熱状態のゲル構造をそのまま反映するものではないが、こうした液晶秩序構造形成に類似する構造が水熱下においても生じ、カーボン規則構造の生成に影響を与えることが示唆される。また、上述とは鎖長の異なるブロック共重合体を用いたカーボン水熱生成物は、 q 値がおよそ 0.37 nm^{-1} 付近にブロードなピークを有し、その値からラメラ繰り返し構造幅 17 nm が算出された。

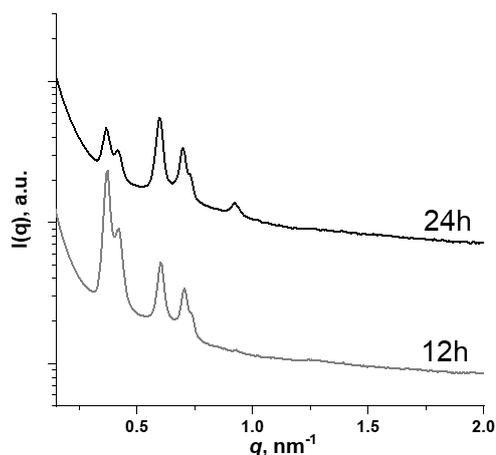


Fig. 1 反応時間 12 h および 24 h において得られるゲル状生成物の X 線小角散乱パターン。

4. 参考文献

1. S. Kubo et al., *Chem. Mater.* **2011**, *23*, 4882.