

C_{60} ナノウィスカーの X 線構造解析 Structure Analysis of C_{60} nanowhiskers by X-ray diffraction

小林健一, 中村耕平, 九鬼隆之, 橘 勝

Ken-ichi Kobayashi, Kohei Nakamura, Takayuki Kuki, Masaru Tachibana

横浜市立大学

Yokohama City University

C_{60} ナノウィスカー (C_{60} NWs) の構造を調べるために、大型放射光施設 SPring-8 の BL02B2 を使って、X 線回折(XRD)実験を行った。また、XRD の試料温度依存性の実験も行った。結果として、 C_{60} NWs の結晶構造は面心立方構造であり、格子定数が $14.14 \text{ \AA}$ であることがわかった。また、 C_{60} NWs の XRD の温度依存性から、260K 付近での C_{60} 分子の回転軸の無秩序—秩序相転移が明瞭に観察された。 C_{60} NWs は特異な形状を持つにもかかわらず、基本的には C_{60} バルク結晶の似た構造上の特徴を示した。

The crystal structure of C_{60} nanowhiskers (C_{60} NWs) was investigated by X-ray diffraction (XRD) technique. The XRD was measured as a function of sample temperature. The XRD of C_{60} NWs showed that they have a face-centered-cubic structure with a lattice constant of $14.14 \text{ \AA}$. In addition, C_{60} NWs exhibited the orientational disorder-order transition at 260 K. These structural features of C_{60} NWs are similar to those of intrinsic C_{60} bulk crystals

背景と研究目的

1990 年の C_{60} をはじめとするフラーレンの大量合成法の発見はフラーレンからなる固体物性に関する研究を一気に加速させ、これまでに超伝導をはじめとする様々な興味深い物性が報告されてきた。一方、フラーレンの大量合成法の確立は副成物としてカーボンナノチューブ (CNT) の発見をも導いた。フラーレンファミリーの一つである CNT は今やナノテクノロジーのキーマテリアルとして期待されている。近年、フラーレン研究の主流が

CNT に移った感があったが、最近再び C_{60} 結晶が注目されている。それは、直径が 500 nm 以下で、長さが $100 \text{ }\mu\text{m}$ 以上に及ぶ C_{60} “ナノ” ウィスカー (C_{60} NWs) と呼ばれるひげ結晶の育成である (図 1 参照)。この C_{60} NWs はイソプロパノールと C_{60} -トルエン飽和溶液を用いた液—液界面析出法といったいわゆる溶液法によって育成される²⁾。この C_{60} NWs は、これまでに報告されてきたどのフラーレン結晶よりも細く、その特異な形状から新たな材料としてナノテクノロジーなどへの応用が期

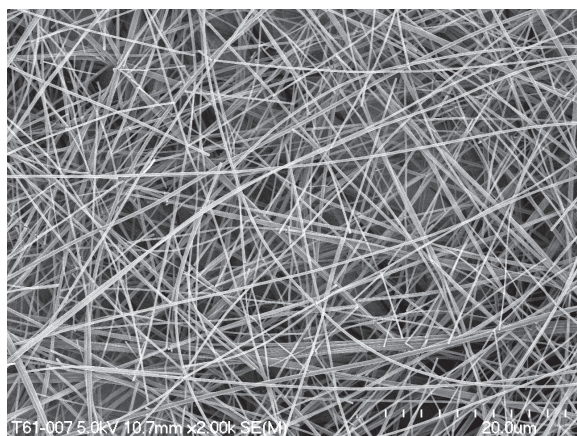


Fig. 1. SEM image of C₆₀ nanowhiskers

待されている。さらに、最近、我々は光照射によって C₆₀NWs の成長が著しく促進されることも明らかにした。これは実用化において大変重要なものとして期待されている。しかし、C₆₀NWs の構造が十分に理解されているとは言い難い。そこで本研究では、SPring8 の BL02B2 による X 線構造解析から、C₆₀NWs の詳細な構造を明らかにすることを目的とした。

実験

高品質の C₆₀NWs は光照射下での液-液界面析出法によって育成された。X 線回折実験のために、育成された C₆₀NWs は粉砕され、直径 0.5 μm のキャピラリーに詰め込まれた。その試料を用いて、SPring8 の BL02B2 において X 線回折実験を行った。入射 X 線の波長は 1 Å とした。また、N₂ ガスの吹き付けにより XRD の試料温度依存性も測定した。

結果、および、考察

図 2 に C₆₀NWs と昇華精製された高純度 C₆₀ 粉末からの XRD パターンを示す。C₆₀NWs の XRD パターンは C₆₀ 粉末と全く同じであることがわかる。この XRD パターンの解析か

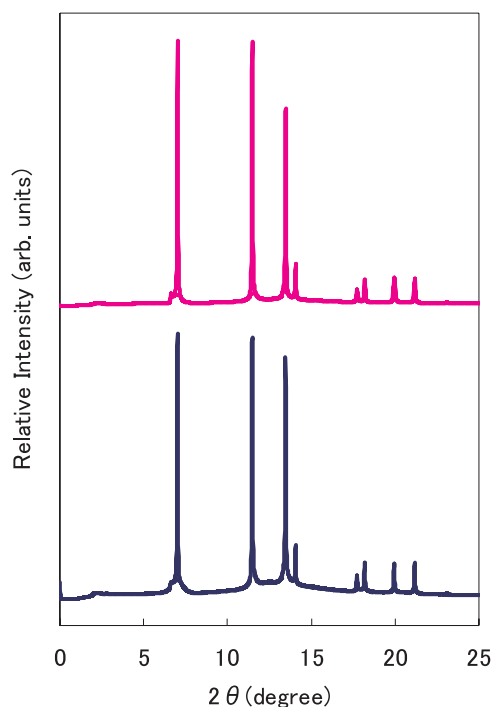


Fig. 2. XRD patterns of C₆₀ nanowhiskers (top) and sublimated C₆₀ powder (bottom)

ら、C₆₀NWs の構造は C₆₀ バルク結晶と同じ面心立方構造であり、格子定数が 14.14 Å であることがわかった。この結果は、C₆₀NWs 内の C₆₀ 分子間が C₆₀ バルク結晶の場合と同様に弱いファンデルワールス力で結合していることを示した我々の以前のラマン散乱測定の結果²⁾を支持するものである。さらに、XRD パターンの試料温度依存性から、260K 付近に明確な不連続な変化が観察された。これも C₆₀ バルク結晶で知られている C₆₀ 分子の回転軸の無秩序-秩序相転移温度と一致していることがわかった。以上の今回の XRD の構造解析の結果から、C₆₀NWs の構造上の特徴は C₆₀ バルク結晶とほぼ同じであることがわかった。

今後の課題

C₆₀NWs の電気抵抗や曲げ変形の測定では C₆₀ バルク結晶と違いが明確に測定されている。これは構造上の違いによるものと思われる。

る。しかし、今回の XRD の実験では C_{60} バルク結晶との構造上の違いが明確に観察されなかった。今後は、試料の調整や測定方法を改善し、より詳細な構造解析を行うことを計画している。

参考文献

- 1) K. Miyazawa, Y. Kuwasaki, A. Obayashi and M. Kuwabara, J. Mater. Res. **17** (2002) 83.
- 2) M. Tachibana, K. Kobayashi, T. Uchida, K. Kojima, M. Tanimura and K. Miyazawa, Chem. Phys. Lett. **373** (2003) 279.

論文発表状況

- [1] 小林健一、橘勝、小島謙一、第 27 回フラーレン・ナノチューブ総合シンポジウム、東京（ポスター発表）
- [2] K. Kobayashi, M. Tachibana, and K. Kojima, 14th International Conference on Crystal Growth, Grenoble (oral presentation).
- [3] 橘勝、第 65 回応用物理学会、仙台（口頭発表）

キーワード

・ ウィスカー

一般のバルク(bulk)結晶を 3 次元的なものとする、薄膜(thin film)は 2 次元的である。これに対して 1 次元的な結晶として針状または繊維状のひげ結晶(whisker)がある。