

水酸化フラーレンナノ結晶/ナノシートの構造と物性

(法政大院工¹, 法政大生命科学部², 法政大マイクロ・ナノテクノロジー研究センター³)

○馬場啓輔¹、伊藤寿之²、緒方啓典^{1,2,3}

【序】

フラーレンの炭素骨格表面に水酸基を導入した水酸化フラーレン ($C_{60}(OH)_x$) は、水酸基の数に応じて極性溶媒から非極性溶媒まで広く溶解性を制御することができることから、バイオテクノロジーをはじめとした様々な分野での応用が期待されている。前回、我々は平均組成 $C_{60}(OH)_{7.8}$ の試料を用いた水酸化フラーレンナノ結晶およびナノシートの合成および形態制御の可能性について報告した。

本発表では、水酸基の数の多い $C_{60}(OH)_x$ に対して液相成長法を用いて $C_{60}(OH)_x$ ナノ結晶およびナノシートを作製し、その結晶形態および物性について調べた結果について報告する。

【実験方法】

今回実験に用いた $C_{60}(OH)_x$ 試料は、Chiangらの発煙硫酸を用いた方法により合成した(試料A)。水酸基の数の多い水酸化フラーレン(試料B)は(試料A)に過酸化水素水と反応させる方法により合成した。合成した試料の平均組成はそれぞれFT-IR、XPSスペクトルより見積もった。

$C_{60}(OH)_x$ ナノ結晶の作製は再沈法を用いた。(試料A)はテトラヒドロピランに溶かしたものの、(試料B)はイオン交換水に溶かしたものをそれぞれ貧溶媒中に注入することにより結晶を作製した。得られた沈殿物の形態をSEM、TEM、AFMを用いて観察した。

【結果と考察】

図1に試料A,BのXPSスペクトルの C_{1s} ピークを示す。試料Aには284.6 eVおよび286.7 eVにピークが見られ、FT-IRの結果からそれぞれ $C=C(-C)_2$ および $O-C(-C)_3$ 原子団に起因するものであることがわかった。試料Bにはそれらの他に288.6 eVに $C-C(=O)-C$ に起因するピークが観測

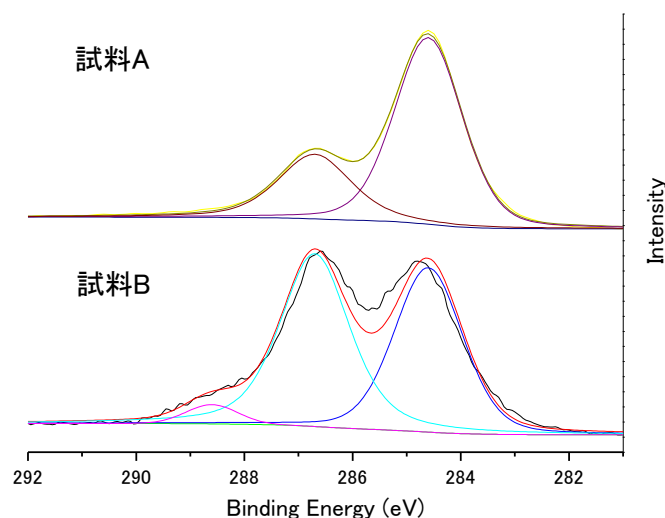


図1. $C_{60}(OH)_x$ の XPS スペクトル

された。

ピークについてそれぞれデコンボリューションを行い、各ピークの積分強度からこの試料の平均組成を見積もったところ、試料Aは $C_{60}(OH)_{16}$ であり、試料Bは $C_{60}(OH)_{30}(O)_2$ であった。

図2に再沈法によって得られた $C_{60}(OH)_x$ ナノ結晶のSEM像およびTEM像を示す。

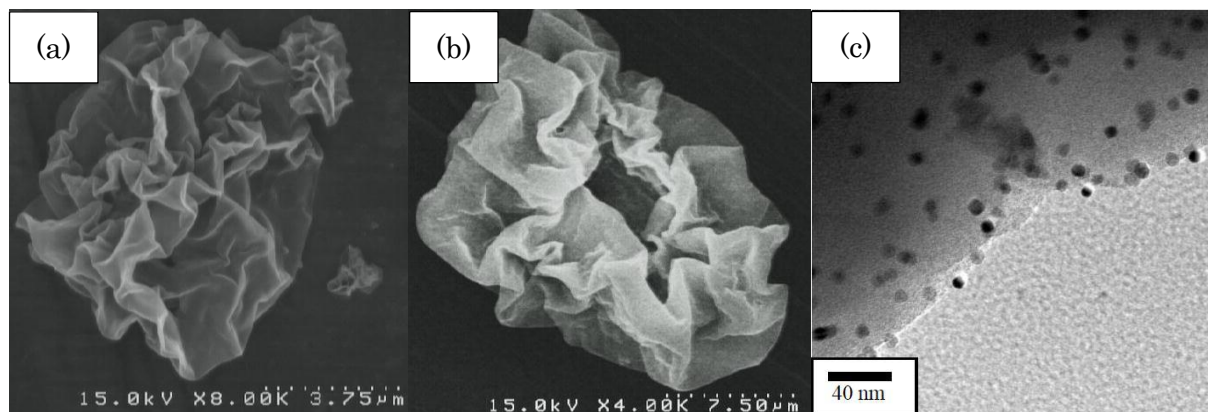


図2. 再沈法によって得られた $C_{60}(OH)_x$ 結晶のSEM像(a:試料A、b:試料B)とTEM像(c:試料B)

試料Aおよび試料Bいずれの試料も丸めたシート状の析出物が得られていることが分かった。両者のシートを比較すると試料Aの方が薄い(10-200 nm)ことがわかった。TEM像(c)から試料Bのシートの表面には平均粒径が8.1 nmのナノ粒子が付着していることが観察された。さらに、試料Bのナノ粒子に対する電子線回折測定を行ったところ、これらナノ粒子は高い結晶性を有することがわかった。試料Aのナノ粒子に対する電子線回折の結果と比較したところ、両者は同一の結晶構造を有するものの、試料Bのナノ結晶の方が水酸基数の数を反映して面間隔が大きいことが確認された。

本講演では、得られた各結晶の詳細な構造解析結果とその物性について発表する。

【参考文献】

- 1) Chiang *et al.* *J. Org. Chem.*, **59**, 3960 (1994)
- 2) K. Kokubo, *et al.*, *ACS Nano*, **2**, 327 (2008)
- 3) A. Masuhara. *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **48**, 050206 (2009)