

1. 緒言

フラーレンの安定性を有し、さらに金属の機能性も兼ね備えた新規なナノ粒子を創製する目的で、フラーレンを鋳型として用いる方法が模索されている。我々が以前報告した研究では、減圧下にて、特定の粒径を持つAg-C₆₀複合ナノ粒子が選択的に生成されることを見出した。しかし、これらのナノ粒子は減圧下において生成されているため、気相・液相における各種分析方法と連結した、その場観察をすることは難しかった。そこで、本研究では、Ag-C₆₀複合ナノ粒子の大気圧下における生成条件について検討した。ナノ粒子の粒径の分析には電気移動度測定法 (DMA) を用いた。また、組成の分析にはX線光電子分光法 (XPS) を用いた。

2. 実験

C₆₀粉末を、大気圧下(1013 hPa)のN₂気体流中(3 slm)にて420 °Cで蒸気化し、²⁴¹Amによってイオン化した。生成されたイオンを1040 °CのAg蒸気中を通過させた後、DMAに導入し、粒径分析を行った。なお、装置内の圧力については、DMA直下に設置したバタフライバルブと真空ポンプによって制御を行った。また、生成されたAg-C₆₀複合ナノ粒子について、Si基板上に静電捕集を行い、XPSによる元素分析も行った。

3. 結果および考察

3.1 Ag-C₆₀複合ナノ粒子の粒径分布と圧力依存性

図1()には、電流値の絶対値を粒径の関数として示してある。6 nm付近にて0.5 pA程度の最大強度の電流値を示した後、単調に減少する傾向が観測された。一方、図1()は低圧下(270 hPa)のN₂気体流中(1 slm)にて生成されたAg-C₆₀複合ナノ粒子の電流値を示してある。この条件では8 nmに0.3 pA程度の最大強度を示す分布が観測された。

どちらの条件も、特定の粒径で電流値が最大強度を示す、ひとつ山の分布であった。このことは、両者のナノ粒子の生成過程が類似していることを示唆している。一方、大気圧下では低圧下と比べて粒径は減少し、強度は増大した。これは、N₂気体流の増大によって滞留時間が減少したこと、および圧力の上昇によって衝突回数が増加したことに起因すると考えられる。

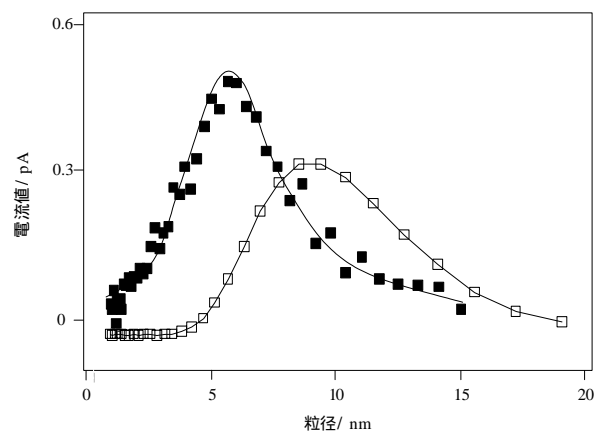


図1 Ag-C₆₀複合ナノ粒子の粒径分布。大気圧()および低圧下()にて生成

3.2 Ag-C₆₀複合ナノ粒子のAg蒸気温度依存性

図2()は、Agの蒸気温度を1000 から1100 に変化させ、電流値が最大となった粒径を蒸気温度ごとにプロットしたものである。Ag蒸気温度に関わらず、およそ6 nmで一定の粒径を示した。一方、図2()は低圧のN₂気体流中(1 slm)にて生成された、Ag-C₆₀複合ナノ粒子のAg蒸気温度依存性を示してある。どちらもAg蒸気温度に関係なく、一定の粒径のナノ粒子の生成が観測された。これまでの研究から、低圧下においてこのような傾向を示した場合には、C₆₀ナノ粒子を核として、その周囲にAg粒子が付着していることがわかっている。大気圧下において同様の傾向が観測されたことから、同様のAg-C₆₀複合ナノ粒子が生成されたと推測される。

3.3 Ag-C₆₀複合ナノ粒子のXPSによる組成評価

Si基板上に捕集したAg-C₆₀複合ナノ粒子について、XPSによるAg 3dスペクトルの測定結果を図3に示す。368.3 eVにピークを持つ分布が観測された。このピーク値は、Ag単体のピーク値(368.2 eV[1])とほぼ等しいことから、Ag-C₆₀複合ナノ粒子中のAgは、Ag単体と同様の電子状態にあると考えられる。また、ピーク位置の化学シフトが見られないことから、AgとC₆₀は、化学結合はしていないという事も示唆される。

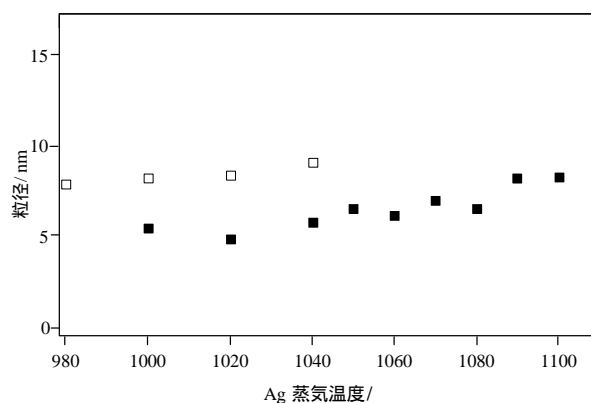


図2 Ag 蒸気温度依存性。大気圧()および低圧下()にて生成

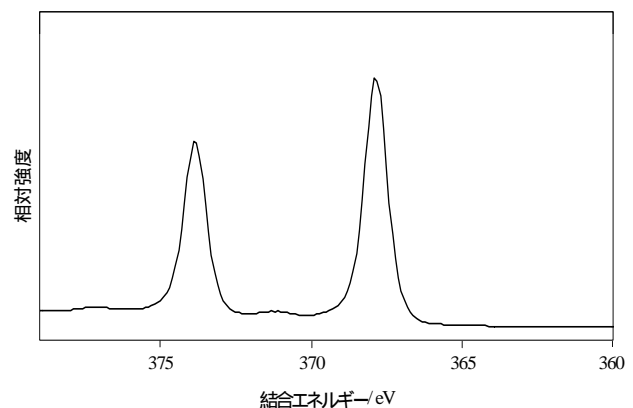


図3 Ag-C₆₀複合ナノ粒子のAg-3dスペクトル

4. 結論

大気圧下においてもAg-C₆₀複合ナノ粒子の生成が観測された。その粒径は6 nmであった。また、その構造は、低圧下で生成されたものと同様、C₆₀ナノ粒子の周囲にAgナノ粒子が付着したものであると推測された。

[1] V.I. Bukhtiyaarov *et al*, *Phys. Rev. B* **67**, 235422 (2003).