

実施課題番号：2005B0884

実施課題名：カーボンナノウォールの結晶構造解析

実験責任者所属機関及び氏名：石川島播磨重工業株式会社 中井宏

共同研究者：横浜市立大学 橘 勝、吉村 昭彦、吉村 博史、石川島播磨重工業(株) 野瀬 裕之

使用ビームライン：BL19B2

実験目的：

特異な成長形態を持つ炭素系新素材であるカーボンナノウォール(CNW)の構造を解析するために、高輝度の線源を用いた粉末X線回折測定を行う。これまで行ってきたラマン分光法による解析結果から、CNWは他の黒鉛状材料と比較して黒鉛化度が高い割に結晶子サイズが小さいことが示唆されている。さらなる検証のために、X線回折プロファイルから結晶子サイズを決定し、ラマン分光スペクトルのD/G比(Gバンドに対するDバンドの強度比)から算出した結晶子サイズとの比較を行う。

実験方法：

測定はBL19B2に設置された大型デバイセラーカメラを用いて行った。シリコンまたは石英製の基板上に成長させたCNWを基板から剥がし、0.3mmのキャピラリーに充填し試料とした。X線の波長は0.1nmを用いビームサイズは3mm×0.3mmとし、イメージングプレートにより角度分解能 $\Delta = 0.01(\text{deg.})$ で検出した。条件出しの結果、測定時間は1試料につき1時間とした。

実験結果：

図1に今回の実験により得られたCNWのX線回折パターンの一例を示す。グラファイトの主要な回折ピークを通常のX線回折装置では検出が困難な広角側まで得ることができた。このことはCNWが積層規則性のある黒鉛状炭素から成ることを示すものである。

(002)面の回折ピークの積分強度を用い、Scherrerの式により結晶子サイズを算出した。この結果とラマン分光法のD/G比から見積った結晶子サイズとの関係を図2に示す。両者の間に正の相関が見られ、ラマン分光での解析結果をX線回折により裏付けることができた。

今後の課題：

ab方向の結晶子サイズを求めるとともに、微小角入射X線回折測定などにより、基板から剥離せずに測定することで、CNWを構成する結晶の配向性を調べ、成長形態(基板に垂直な壁状に成長)との関係を明らかにする必要がある。

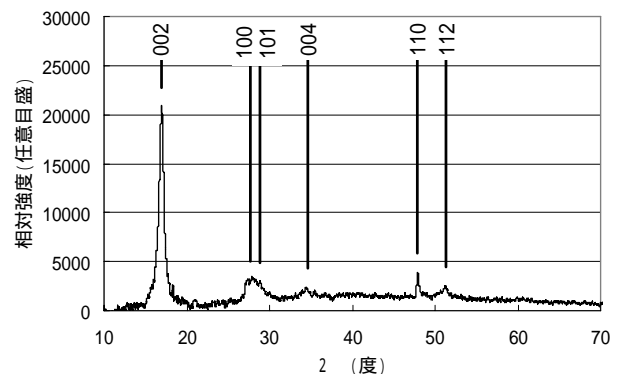


図1 カーボンナノウォールのX線回折プロファイル(13点平滑化処理)

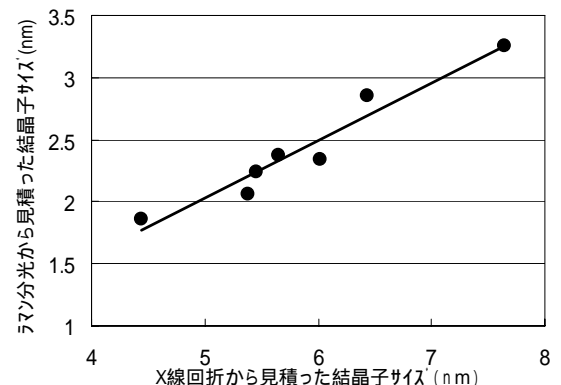


図2 異なる方法で見積ったカーボンナノウォールの結晶子サイズの比較