

X線分析 No. X186

X-RAY ANALYSIS

フラーレンのX線回折測定

X-ray Diffractometry of Fullerene

フラーレンの薄膜解析にX線回折法が利用されています

フラーレンは1985年、H. W. Krotoの発表をかわきりに、一躍科学界の注目を浴びる物質となり、その特性は有機化学、無機化学、電気化学など、種々の分野で研究が進められてきました。特に合成物質の構造解析の評価法としては結晶の解析、質量分析、電子構造の解析、クロマト分析など多方面から解析が行われております。フラーレンの外観は右図に示すサッカーボールをイメージしたもので、Cが60、70、76、78、84と多くの集合体の可能性が考えられています。

今回はフラーレンの粉末原料と基板上に成膜された薄膜のX線回折分析例を紹介します。

フラーレン粉末原料の測定

Measurement of Powder Fullerene

本試料は成膜原料として用いたC₆₀（純度99.98%）粉末です。Cのような原子が球型の分子として集まった場合、結晶構造は面心立方格子（fcc）と六方最密格子（hcp）のような最密化構造を示します。Fig. 1は原料粉末の回折線です。結晶系は六方最密格子として指数面を記載しました。回折線の特徴としてはC軸の(002)面の高角度、低角度に(101)、(100)面が出現し、六方最密格子では明瞭になります。

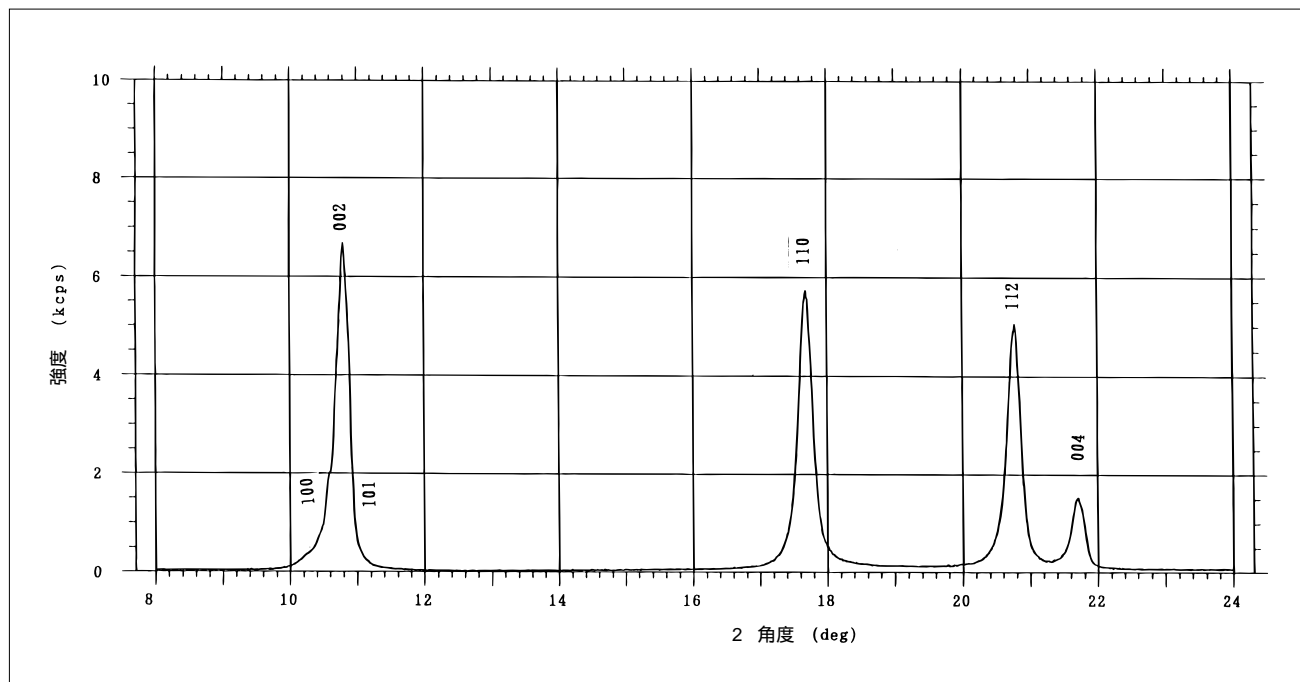
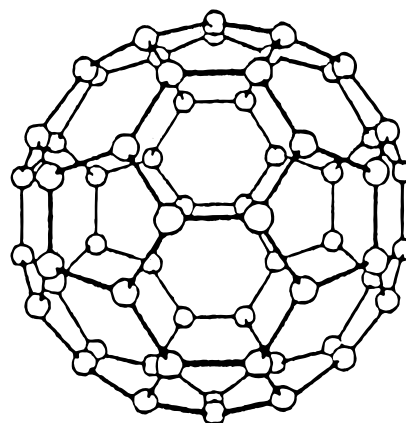
C₆₀

Fig.1 C₆₀原料粉末の回折線
Diffract Pattern of C₆₀-Material

フラーレン薄膜の測定

Measurement of Thin Film Fullerene

コーニングガラス、サファイア、結晶シリコン、マイカの4種類の基板上に真空蒸着法によりフラーレン薄膜を作製し、膜の結晶構造の特徴と下地の基板との関係を調べました。膜中のフラーレンは、レーザーイオン化-飛行時間形質量分析計(LD-TOF)で測定を行った結果、Fig. 2に示すとおり高純度で質量720.6 (M/Z)の膜になっていることが確認できました。

X線回折の測定は表面の検出感度を高めるため、薄膜法を用いました。

Fig. 3の各回折線の測定結果から、以下のことが確認されました。

- 1) 非晶質のガラス、または層状物質であるマイカ基板上で、フラーレンの結晶化が確認されました。
- 2) コーニングガラス、マイカ基板上では(100)面による回折線が明瞭に出現しておりますので、六方最密格子としての特徴が明瞭に現れました。
- 3) ω -2 θ 法で測定した回折線の半値幅から、シェラーの式に基づき粒子サイズを求めた結果、結晶シリコン基板上で約470 と最も大きく、マイカ基板上で約270 と最も小さい値を示しました。

本報告は、第8回フラーレン総合シンポジウムの『基板の違いに対するC₆₀薄膜中の結晶サイズの変化』岐阜大学工学部伊藤貴司先生のご報告の一部を、ご好意により記載させていただきました。

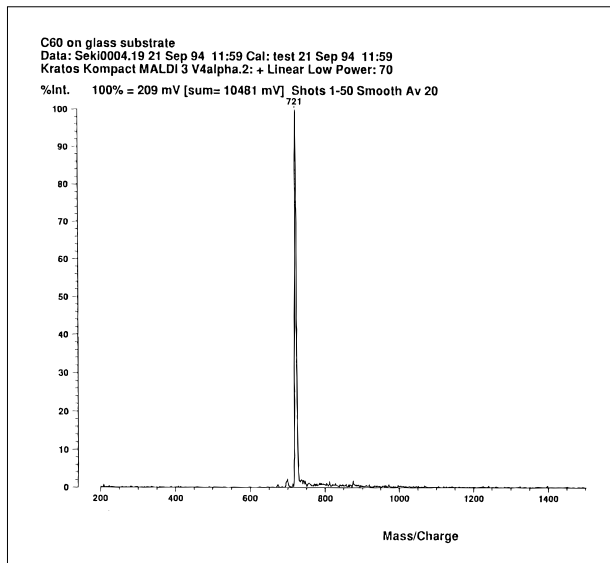


Fig.2 フラーレン膜のLD-TOF測定
LD-TOF Mass Spectra of Fullerene Film

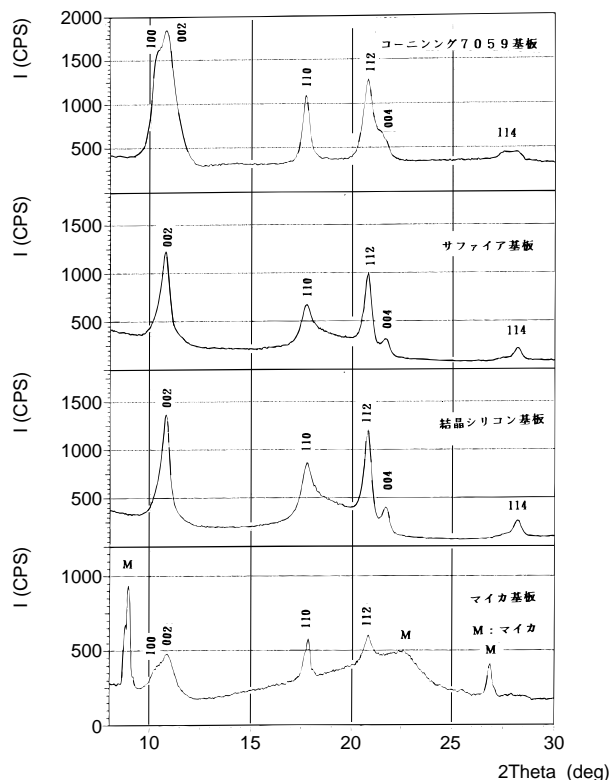


Fig.3 フラーレン膜の回折線
Diffract Pattern of Fullerene Film

X線分析アプリケーションニュース No.40~194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。