

メソ多孔体の空隙に作製した新規構造体の構造決定・評価

^ACREST、^B東北大理、^C東北大金研、^D東北大学際セ

劉 崢^A、樺山俊和^B、大砂 哲^C、阪本康弘^B、金田瑞枝^B、平賀賢二^B、寺崎 治^{A,B,D}

Structural Studies of Novel Materials Synthesized in Spaces of Mesoporous Materials

Z. Liu^A, T. Tsubakiyama^B, T. Ohsuna^C, Y. Sakamoto^B, M. Kaneda^B, K. Hiraga^C and O. Terasaki^{A,B,D}

^ACREST, JST, ^BDept. of Phys., Tohoku Univ., ^CIMR, Tohoku Univ., ^DCIR, Tohoku Univ.

シリカメソ多孔体は、水/シリカ/界面活性剤の混合系における界面活性剤の自己組織能を利用して合成される物質群である。焼成して界面活性剤を取り除くことにより、メソスケール (2~8nm) の大きさの周期的に配列した空隙が形成される。我々は、シリカメソ多孔体を新物質系を作製するための容器として用い、その空隙内に作製した白金ナノワイヤーや三次元カーボンロッドなどについて、それらの構造決定・評価を高分解能電子顕微鏡 (HREM) 法により行った。本研究は Prof. R. Ryoo (KAIST, Korea) のグループとの共同研究である。

1. HREM 法による白金ナノワイヤーの構造評価

一次元チャンネルが二次元ヘキサゴナル状に配列したシリカメソ多孔体 MCM-41、SBA-15 ($p6mm$) の空隙に、白金ナノワイヤー (ロッド) を作製した後、酸処理でシリカメソ多孔体を溶かし、白金ナノワイヤーを取り出した。MCM-41 の場合、白金ナノワイヤーは一本一本分離して得られ、原子スケールでは単結晶であり、白金の $\langle 110 \rangle$ 方向がワイヤーの長軸方向と一致している。一方 SBA-15 の場合、白金ナノワイヤーは SBA-15 の二次元ヘキサゴナル状の配列を維持し、束ねられた形で得られた。図 1 は SBA-15 を溶かし出した白金ナノワイヤーのみの電子顕微鏡像 (ワイヤーの長軸に平行な入射軸から撮影) である。HREM 像から、白金ナノワイヤーは互いにブリッジが架けられた一次元単結晶ナノワイヤーの集合体である。このことから、SBA-15 のシリカの壁には MCM-41 とは異なり穴が不規則に空いていることが明らかにされた。

2. 電子線結晶学による三次元カーボンロッドの構造決定・評価

三次元チャンネルを持つシリカメソ多孔体 MCM-48 の空隙に、アセチレンガスを炭素源として新しいカーボンロッド CMK-4 (格子定数 9nm 程度) を作製し、電子線結晶学の手法により三次元構造を決定した。図 2 に、構造決定の結果得られた三次元静電ポテンシャル分布において、ある等ポテンシャル面を描いてカーボンロッドの geometry を可視化した図を示す。カーボンロッドが MCM-48 の対称性 (空間群 $Ia\bar{3}d$) を維持した三次元ネットワーク構造を持つことが実験的に明らかにされた。また、ある構造モデルから計算した構造因子と、電子顕微鏡像から得られた観測構造因子との比較から構造モデルを精密化する方法を現在検討している。詳細は会議で報告する。

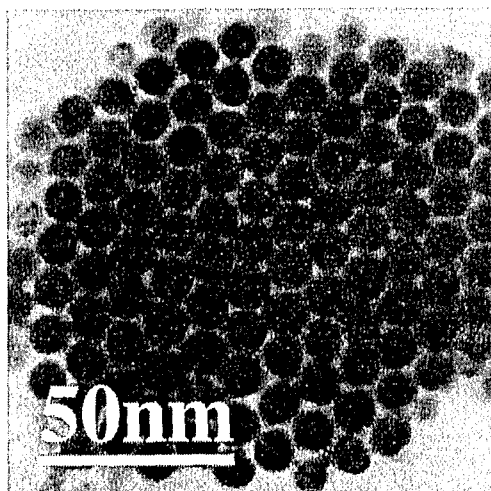


図 1 SBA-15 から作製した白金ナノワイヤー

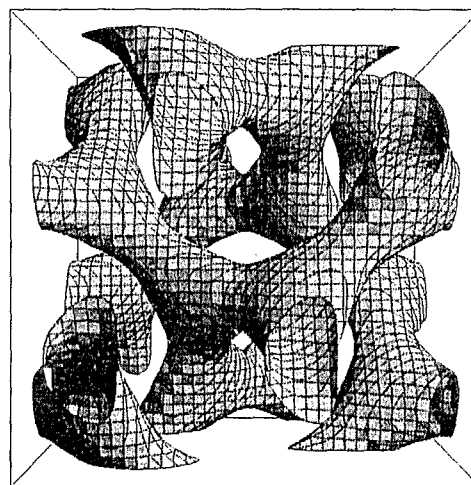


図 2 CMK-4 の三次元ネットワーク構造