

X 線小角散乱によるグラファイトの吸着構造解析

Adsorption Structure Analysis of Graphite by Small Angle X-ray Scattering

長岡技科大(院)¹、ヒューズ・テクノネット²、タイ国立放射光研究所³

◦工藤 悠人¹、小松 啓志¹、津田 欣範^{1,2}、Siriwat Soontaranon³、齋藤 秀俊¹

Nagaoka Univ. Tech.¹, Fuse Technonet.², Synchrotron Light Research Institute (SLRI)³

◦Yuto Kudo¹, Keiji Komatsu¹, Yoshinori Tsuda^{1,2}, Siriwat Soontaranon³, Hidetoshi Saitoh¹

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】X 線小角散乱は試料に照射して散乱した X 線のうち、散乱角が小さい物を測定する手法である。試料の周期構造や配向性に加えて、粒径分布、粒子の形状、細孔の構造を決定することが出来る。Porod 解析と呼ばれる方法を利用すると細孔径、細孔の形状、気孔率など細孔に関する詳細な情報が得られる。また、構造の規則性を数値化することが可能である。これらの結果から、Fig.1 のような構造モデルを組み立てることが出来る¹⁾。本研究室では分子吸着に伴いナノポーラスカーボンの細孔構造が変化するモデルを提案している²⁾。本研究では、構造が既知であるグラファイトに対し、様々な分子の吸着を試みたサンプルについて、X 線小角散乱を測定した。Porod 解析により、グラフェンを基本とする炭素材料の正確な構造解析が可能かどうかを調査した。

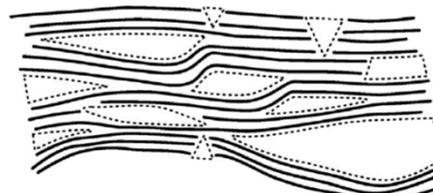


Fig.1 Pore structure model of NPC. Formed by stacked graphene seats (solid lines) and pores fillable with adsorbent (dashed areas).

【実験方法】試料にはグラファイト粉(高純度化学株式会社製、純度 99.7%)を用いた。水、水素、窒素、ヘリウムを吸着した状態、非吸着状態の試料を約 30mg カプトンテープに挟み、サンプルホルダーに固定した。入射 X 線のエネルギーは 9 keV とし、CCD カメラにて散乱 X 線を検出した。サンプル検出器間の距離(SDD)は 1000、4400 mm の 2 種類とした。検出器から得られる 2 次元像をもとに 1 次元プロファイルを作成し、SDD が異なる 3 つのデータを重ね合わせた。このプロファイルに対し Porod 解析を行うことで試料の構造を評価した。

【結果と考察】CCD カメラで散乱 X 線を撮影したグラファイト粉(非吸着状態)の 2 次元像から 1 次元プロファイルを作成した結果が Fig.2 のグラフである。散乱ベクトル q が大きくなるにつれて散乱強度 $I(q)$ は直線的に低下した。これらのプロファイルを重ね合わせると Fig.3(a) のようになる。Figure 3 より非吸着時と、分子吸着時のプロファイルの概形には有意差が確認出来ない。グラファイトは分子吸着性がなく、構造変化が起きなかったと考えられる。本報告では、Porod 解析により、正確な構造解析が可能かどうかを調査した結果について報告する。

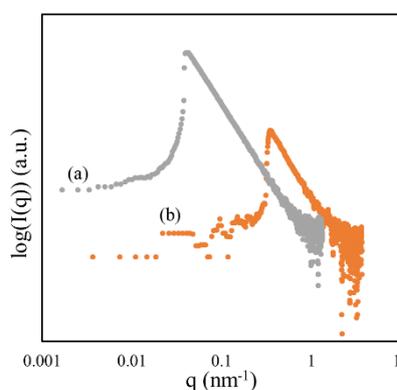


Fig.2 1D profiles of graphite measured by SAXS. (a: SDD1000, b: SDD4400)

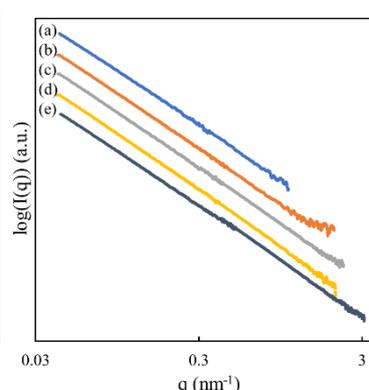


Fig.3 Merged 1D profiles of graphite measured by SAXS. (a: desorption, b: H₂O, c: N₂, d: H₂, e: He)

1) Charl J. Jafta, et al., *Carbon*, **123**, 440-447 (2017).

2) 菅間由紀乃 第 64 回応用物理学会春季学術講演会 15p-424-9 (2017)