

ソリューションプラズマ法による炭素材料の溶媒分散性の向上

Improvement of Solvent Affinity for Carbon Materials by Solution Plasma Process

佐賀大院工¹, 産総研² ○内野 聖子¹, 坂口 幸一¹, 大竹 亜紗美¹, 滝澤 登¹,中島 達朗², 江良 正直¹, 松田 直樹²Saga Univ.¹, AIST², ○Seiko Uchino¹, Koichi Sakaguchi¹, Asami Ohtake¹, Noboru Takisawa¹,Tatsurou Nakashima², Masanao Era¹ and Naoki Matsuda²

E-mail: 13574004@edu.cc.saga-u.ac.jp

近年、印刷技術を用いたデバイス作製への応用が可能なことから、グラフェンの作製法として、グラファイトの化学的酸化により酸化グラフェン(GO)を得る手法が注目されている。しかしながら、合成時に濃硫酸や過マンガン酸カリウムを用いるため、環境負荷が高く、反応の制御が困難であり、GO の粒径制御や酸化によって発生する欠陥の抑制が課題となっている。この課題を解決するために、ソリューションプラズマ(SP)法を導入する。SP は液中に電極を挿入し、パルス高電圧を印加することにより、溶媒と電極の間に生じる気泡中で発生するプラズマである。液中でプラズマに誘起された溶媒由来のラジカル種がグラファイトと反応し、グラファイトの断片化や官能基付加を引き起こす^[1]。SP は印加電圧や時間といった比較的容易に制御可能な実験変数が多く、反応の制御が期待される。本研究では、SP による炭素材料の溶媒分散性の向上を目的とした。

9%過酸化水素水 50ml にグラファイト(粒径 5 μ m $\times$ 厚さ 6nm)220mg を加え、1mm 間隔のタングステン電極を挿入後、周波数 25kHz、パルス幅 2.5 μ s、電圧 1400V の条件で、SP 処理時間を 5、10、15 分間と変化させた。得られた試料を精製後 1mg/mL 純水分散液を調製し、30 分間の超音波処理の後、静置 1 時間・24 時間後の分散状態について、目視により評価した。さらに、凍結乾燥によって固体化した試料の FT-IR を KBr 錠剤法により測定した。また、精製後の試料を 210 分間静置し、上澄み及び沈殿物に分け、粒径及びゼータ電位を各 3 回測定した。

SP 処理した試料は分散性が向上したことから、親水性グラフェン誘導体の作製を確認した。また、FT-IR(図)より、-OH 基(枠内)が増加しており、親水性向上の要因の一つであると考えられる。

上澄みと沈殿物は、SP 処理時間が長くなるにつれて、粒径とゼータ電位の絶対値が減少した。これは SP によってグラフェンが断片化し、粒径が小さくなると、一粒子に導入される官能基の数も減少するためだと考えられる。さらに、化学的酸化剥離法 (-30mV 以下)^[2]に比べるとゼータ電位の絶対値は小さく、SP 処理により酸化反応は起きているが、-COOH 基を導入するような強力な酸化反応は起きていないことが示唆される。

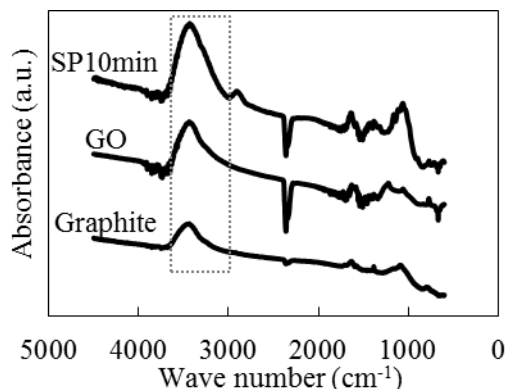


Figure FT-IR spectra of graphite derivatives

[1] N. Matsuda, et al., IEICE Technical Report, **111(440)** (2012) 23.

[2] K. Sakaguchi, et al., IEICE TRANSACTIONS on Electronics, **E96-C(3)** (2013) 369.