

異なる酸化グラフェン合成法による化学種の変化

A Variation of Chemical Species by Synthesis Route Change of Graphene Oxide

佐賀大院工¹, 豊田中研², 産総研³ ○坂口 幸一¹, 内野 聖子¹, 大竹 亜紗美¹, 藤戸 昭徳¹,明渡 邦夫², 矢田 光徳¹, 滝澤 登¹, 中島 達朗³, 松田 直樹³, 江良 正直¹Saga Univ.¹, Toyota CRDL.², AIST³ ○Koichi Sakaguchi¹, Seiko Uchino¹, Asami Ohtake¹,Akinori Fujito¹, Kunio Akedo², Mitsunori Yada¹, Noboru Takisawa¹, Tatsuro Nakashima³,Naoki Matsuda³, Masanao Era³

E-mail: ksaka@cc.saga-u.ac.jp

グラファイトを酸化し、酸化グラフェン(GO)を合成する化学的酸化法がグラフェン作製法の一つとして注目されている。化学的酸化法は強い酸化条件下にて反応させるため、環境への負荷や粒径制御や欠陥抑制が課題となっている。そこで我々は、GO の作製法として、溶媒中でプラズマを発生させ、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ソリューションプラズマ(SP)法を提案する。これまでに SP 法によって、化学的酸化法と同等な粒径の GO が得られる一方で、化学的性質が異なっていることが分かってきた。そこで本研究では、グラフェンに導入される化学種の違いに着目して検討を行った。

直径約 5 μm ×厚さ 6nm(グラフェン 30 層程度)の比較的薄いグラファイトを用い、9%過酸化水素水 50ml にグラファイト 220mg を加え、1mm 間隔の 2 本のタングステン電極を挿入後、パルス高電圧 1400V を印加して SP を発生させた。SP 処理時間を 5~15 分と変えることによって 3 種類の試料を作製した。透析による精製後、210 分間静置し、上澄み試料を回収した(SP-GO)。また、比較のために同種のグラファイトを用い、Modified Hummers 法によって GO(MH-GO)を合成した[1]。これらの試料について、FT-IR、粒径、ゼータ電位を測定した。

GO の粒径は SP-GO、MH-GO 共に、反応時間が長くなるにつれて小さくなる傾向が見られた。また、SP 処理を 10 分間行った SP-GO の上澄み試料の平均粒径は約 2 μm であり、48 時間反応後の MH-GO と同程度の平均粒径が得られた。一方で、SP-GO と MH-GO のゼータ電位の平均粒径依存性は逆の傾向を示した(図)。SP-GO は反応によってグラフェンが断片化し、一粒子に導入される官能基の数も減少したために平均粒径が小さくなり、ゼータ電位が上昇したと考えられる。一方で、MH-GO も同様に、反応が進むと断片化し、一粒子の官能基の数も減少するが、強い酸化剤によって、大きな負電荷をもつ-COOH 基が導入されるために、ゼータ電位が減少したと考えられる。本研究の一部は、H23・24 年度佐賀大学大学院工学系研究科若手研究者支援経費の支援によって行った。

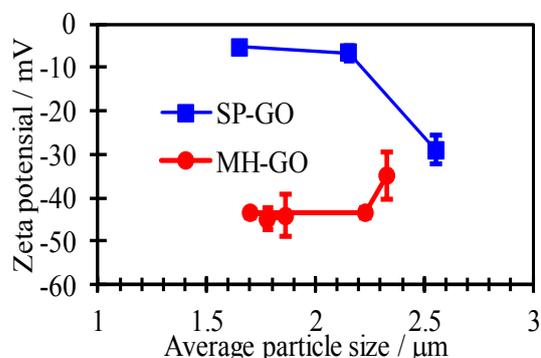


図 ゼータ電位の平均粒径依存性

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