27p-G12-18

グラファイトマイクロ粒子の力学的ナノ構造制御

Mechanical Control of Nanostructures of Graphite Microparticles

東大海洋研 [1]，岐阜高専 [2]，長岡技科大工 [3]
°小川展弘 [1]，本塚智 [2]，多賀谷基博 [3]，赤塚史洋 [2]，上原敏之 [2]，本間剛 [3]，小林高臣 [3]
Univ. Tokyo [1], Gifu Nat. Coll. Tech. [2], Nagaoka Univ. Tech. [3],
Nobuhiro Ogawa [1], Satoshi Motozuka [2], Motohiro Tagaya [3], Fumihiro Akatsuka [2],
Takayuki Uehara [2], Tsuyoshi Honma [3], Takaomi Kobayashi [3]
E-mail: n-ogawa@aori.u-tokyo.ac.jp

[緒 言] 特徴的なナノ構造を有する炭素系無機材料は、キーマテリアルとして重要である。金属元素の担持や複合機能の発現のためには、炭素材料のマクロ構造とミクロ構造の両方の制御技術が必須である。本研究では、グラファイト (Gp) マイクロ粒子を力学的に粉砕して、そのナノ構造を制御することを目的とした。

[実 験] 日本黒鉛工業㈱製の Gp 粉末を用いた。粉砕媒体として、SUJ2 製の鋼球 (直径:9.52 mm) を 20 個用いた。ステンレス製の粉砕容器に Gp 粉末を入れて、遠心ボールミルへ設置し、高純度アルゴン (純度 : 99.999 %) 中で 8 時間粉砕した。ここで、鋼球は遠心力によって容器壁面へ押し付けられながら周回運動し、鋼球と壁面に挟まれた鉄粒子へ荷重がかかる。その荷重は 153 mN と見積もられた。創出した試料は、粉末 X 線回折 (XRD)、ラマンスペクトル分光法、走査型電子顕微鏡 (FE-SEM)、及び透過型電子顕微鏡 (TEM) によって分析・評価した。

[結 果 ・ 考 察] XRD パターン (図 1) から、Gp の層状構造に起因する面間隔 d_{002}=0.335 nm が観測された。粉砕に伴って、結晶性の低下がみられたものの、d_{002} は維持されることがわかった。ラマンスペクトルから、1350 cm^{-1} の *D* バンドと 1600 cm^{-1} 付近の *G* バンドが観測された。粉砕に伴って、*G* バンドに対する *D* バンドの相対強度が増加した。つまり、粉砕によって Gp 表面への欠陥形成と Gp 結晶構造のアモルファス化が生じたと考えられた。電子顕微鏡観察結果 (図 2) から、粉砕 0 時間では板状結晶が集合した構造であった (図 2 (a, e))。粉砕 1 時間では、クラックが表面に形成された。粉砕時間の延長に伴って、球状のナノ粒子が形成されることがわかった。粉砕 8 時間では、粒径が数十 nm のナノ粒子が凝集した構造となった。以上より、力学的粉砕効果によって、板状結晶が積層した Gp 構造から、層状構造を有するナノ粒子の凝集体を形成する方法を確立した。

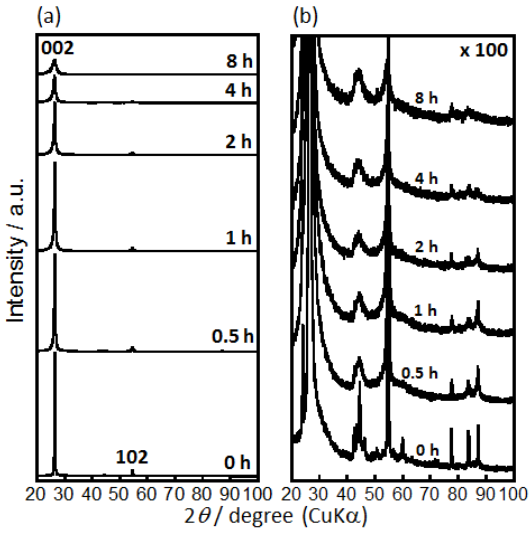

Fig. 1 XRD patterns of Gp powder at the different milling time. (b) is magnified at 100 times from (a).

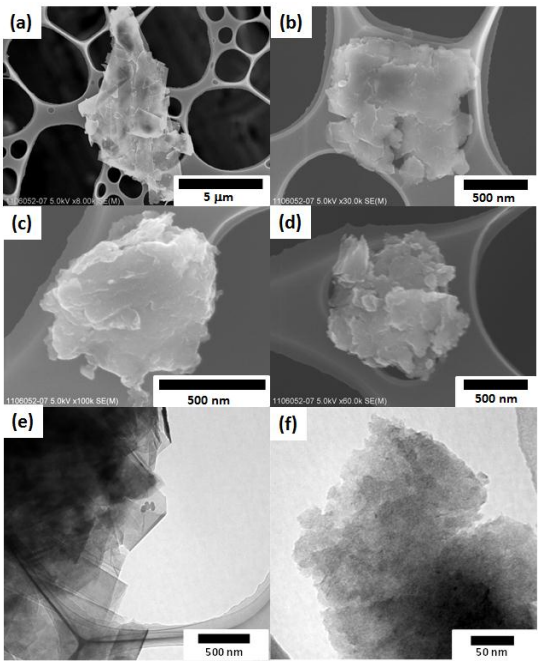

Fig. 2 (a-d) FE-SEM and (e, f) TEM images of Gp powder at the different milling time ((a, e) 0 h, (b) 1 h, (c) 4 h and (d, f) 8 h).

© 2013 年　応用物理学会