マイクロ波照射によるグラファイトの親水化と導電率の評価

Hydrophilization of graphite by microwave irradiation and evaluation of its conductivity

佐賀大理工 [1]，佐賀大院理工 [2]　○森田 翔 [2]，柴田 晴斗 [1]，松尾 大樹 [2]，坂口 幸一 [1,2]

Saga Univ. °Sho Morita, Haruto Shibata , Daiki Matsuo, Koichi Sakaguchi

E-mail: 19705026@edu.cc.saga-u.ac.jp , ksaka@cc.saga-u.ac.jp

＜Introduction＞　優れた電気的特性を持つグラフェンは近年デバイス材料として注目されているが、グラファイトから一枚のグラフェンを剥離するのは非常に困難である。そこで、グラファイトを強力な酸化剤で酸化させ酸化グラフェンとして剥離した後還元することによりグラフェンを得る方法がある。この方法には、低コストで大量生産が可能であり、導入される酸素官能基によって親水性が付与され、剥離を促進するとともに、親水性炭素材料をインクとして用いれば印刷技術への応用も期待できる。しかし、強力な酸化剤を用いるため酸化グラフェンを還元したグラフェンは欠陥が多く、良質なグラフェンは得られない。そこで、酸化グラフェンを合成する際に穏やかに酸化することで良質なグラフェンが得られるのではないかと考え、過酸化水素を用いて酸化グラフェンを穏やかに合成する方法の検討を行った。穏やかなグラファイトの酸化手法として、過酸化水素にマイクロ波を照射して生成されるヒドロキシラジカルを酸化剤としてグラファイトに作用させ、酸化させることを試みた。

＜Experimental＞　過酸化水素とグラファイトの混合物へのマイクロ波の影響を調べるために、15%H_2O_2 水溶液とグラファイト粉末の混合物を電子レンジ(270W，2.45GHz)でマイクロ波処理し、得られた試料の分散性を測定した。また、比較のために、大気圧プラズマ、室温静置下、ホットプレートで同じ時間処理した試料も用意し分散性を測定した。さらに、マイクロ波を照射する時間がどのように影響するかを調べるために、同じ混合物を電子レンジで 2～16 分間マイクロ波処理した試料を作製し、分散性、導電率、ラマンペクトルの測定を行った。また、X 線回折測定により試料の剥離度を調べた。

＜Results and discussion＞　図 1 より、マイクロ波処理した試料は大気圧プラズマ、室温静置下、ホットプレートで処理したどの試料よりも、72h 後も高い分散性を示した。これは、マイクロ波によって混合物中でヒドロキシラジカルの生成が促進され、グラファイトに親水基がより多く導入されたからであると考えられる。

マイクロ波を 2～16 分間照射させた試料の導電率を図 2 に示す(0min : 原料)。マイクロ波照射時間が 8 分までの試料では、照射時間が増加するにつれて導電率が上昇した。これはグラファイト表面において、構造欠陥を有する面がマイクロ波により断片化して剥がれ、欠陥の少ない表面が露出したためであると考えられる。これはラマン分光法によって得られた欠陥密度のデータと一致している。16 分で導電率が急に低下しているのは、過剰なマイクロ波によってグラファイト結晶が小片化し、結晶間での電子の移動が多くなったため導電率が低くなったと考えられる。しかし X 線回折の結果から、グラファイトと類似の面間隔が得られ、あまり剥離しておらず、グラファイト構造を保ったまま親水化していることが分かった。

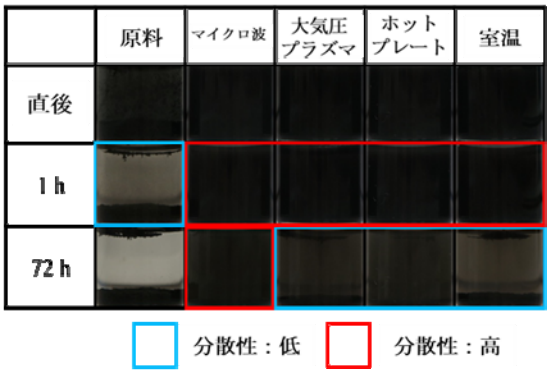

図 1. 各処理後の試料の分散性

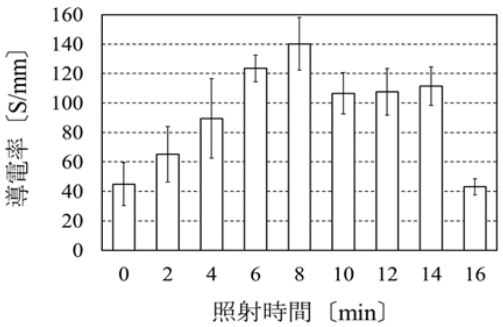

図 2. 各マイクロ波照射時間における導電率

© 2019年 応用物理学会