

マイクロ波加熱による炭素粉末材料の酸化処理方法の開発とその評価

○平井 和彦^{*1)}、池田 紗織^{*1)}、峯 英一^{*2)}

1. 目的・背景

近年、炭素繊維やカーボンナノチューブ等が構造材料や燃料電池材料として利用されており、今後ますます炭素材料及びその複合材料の需要は高まると予想される。炭素材料の複合化では、他の材料との親和性を向上させるため、表面官能基を形成する酸化処理が行われている。酸化手法として、酸試薬を用いた外部加熱による液相酸化は簡便ではあるものの、反応に数時間から数十時間かかる。本研究では、この酸化処理について、マイクロ波加熱によるオートクレーブ中の酸処理を適用し、反応の高速化及び効率の向上について検討した。また、炭素材料表面の表面官能基の定量評価は、酸塩基滴定法（Boehm法）が一般的であるが、手順が煩雑かつ時間がかかる。そこで、簡便に炭素材料の官能基量を評価する方法として、赤外分光分析法を用いた手法を検討した。

2. 研究内容

(1) 実験方法

① マイクロ波加熱装置による酸化処理

カーボンブラック（CB）を0.5 gずつ量り取り、酸化試薬として60%硝酸を15 ml加え、マイクロ波加熱装置で所定の温度・時間で加熱処理を行った。処理後のCBをろ過し、ろ液のpHが変化しなくなるまでイオン交換水で洗浄した後、100℃で乾燥させた。酸塩基滴定法（Boehm法）を用いて表面官能基量（全酸量、カルボキシル基量、フェノール性水酸基量）の評価を行った。

② 赤外分光分析（ATR法）によるCBの官能基量の評価
各温度で処理を行ったCBについて、赤外分光光度計のATR法で官能基量の評価を行った。

(2) 結果及び考察

通常の加熱温度（100℃）における短時間の処理では、官能量はほとんど増加しなかったが、処理温度の上昇に伴い、短時間の処理でも著しく官能基量が増加した（図1）。マイクロ波加熱装置を用いて高温で処理を行うことで、短時間で処理を行うことができた。

ATR法によって得られた赤外分光スペクトルからC=O結合のピーク面積を算出した（図2）。酸塩基滴定による結果と傾向は一致した。このことから、ATR法により、短時間で定性的な評価が可能であることが示唆された。

3. 今後の展開

マイクロ波加熱装置を用いることで、従来法よりも短時間で効率的に酸化処理を行うことができた。分析手法に関して得られた知見は、技術相談や依頼試験等で活用していく。今後は、粉末以外の炭素材料等へ応用していくとともに、複合材として使用する際の他素材との親和性の向上や導電性等の機能性付与につなげる。

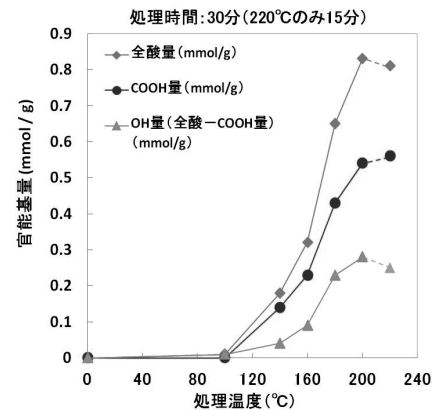


図1. 処理温度による官能基量の変化

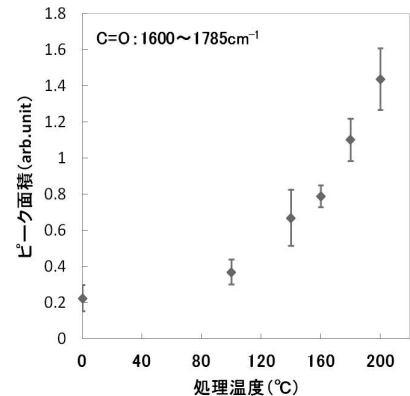


図2. ATR法による官能基評価 (C=O結合)

*1)繊維・化学グループ、*2)表面技術グループ