

カーボンブラックの官能基評価について

1. はじめに

カーボンブラック (CB) は、一次粒子径が5～500nmの炭素の微粉末で、ゴムの補強材や顔料、導電材などさまざまな材料として利用されています。このCBは、天然ガスや石油といった炭化水素を原料として、不完全燃焼や熱分解させることにより製造されています。製造の際の原料種類や熱処理条件により、得られるCBの粒子径、構造、表面性状 (CBの三大特性) は大きく異なります。この中で表面性状を知るための一つの方法として水酸基やカルボキシル基などの含酸素官能基の測定があります。含酸素官能基の種類や量は、CBの電気特性・分散性・吸着性などの特性を大きく左右するため、CBをさまざまな材料へ応用するにあたって重要な指標となります。今回は、当センターが保有する昇温脱離 (TPD) 測定装置によるCBの含酸素官能基の測定例を紹介します。

2. TPD法とは

TPD法とは、試料を不活性ガス気流中で加熱していき、その際に脱離した成分を分析する手法です。CBが含酸素官能基を有する場合、加熱に伴い含酸素官能基が分解・脱離して生成するCO₂やH₂Oなどの成分を定量することにより、含酸素官能基量を見積もることができます。また、各成分の脱離温度により含酸素官能基の種類を推定することも可能です。他の含酸素官能基評価法と比較して、簡便かつ試料全体の含酸素官能基量を評価できる特徴があります。

3. 測定例

重質油を原料とするオイルファーネスブラック (試料①) とアセチレンガスを原料とするアセチレンブラック (試料②) の2種類のCBについて、TPD法により昇温中に脱離するCO₂の定量を行いました。測定は、**図1**のTPD測定装置 (マイクロトラック・ベル(株)社製 BELCAT II) を用いて実施しました。それぞれの試料をガラス管に100mg入れてHeを30mL/min流通し、昇温速度10°C/minで800°Cまで昇温しました。昇温中に脱離したCO₂は四重極型質量

分析計により定量しました。測定結果を**図2**に示します。



図1 TPD測定装置

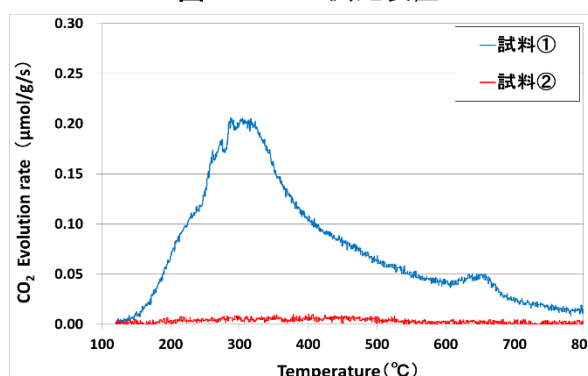


図2 TPD測定結果

図2から、試料①は試料②と比較してCO₂の脱離量が全ての温度域で多いことがわかります。このことから、試料①は試料②に比べて含酸素官能基量が多いと考えられます。試料①は、製造工程において重質油を不完全燃焼させる際に、含酸素官能基が多く生成しやすいのに対し、試料②はアセチレンガスの熱分解により製造されるため含酸素官能基が生成しづらく、上述のような結果になったと考えられます。また、試料①のCO₂脱離量は300°C付近にピークがあることから、含酸素官能基の種類としてカルボキシル基やラクトン基が多く存在すると推定されます。

4. おわりに

当センターでは、TPD法を用いた触媒の評価や吸着材の性能評価試験等も行っております。ご関心のある方は、お気軽にご相談下さい。

参考文献

1) 高木英之: 炭素, **237**, 67-71(2009)

産業技術センター 化学材料室 犬飼直樹 (0566-45-5641)

研究テーマ: 固体高分子形燃料電池、電気化学キャパシタ、二次電池

担当分野: 電気化学計測、無機分析