

研究ノート

潤滑性に優れたナノ粉末の合成

吉元昭二*1、村井崇章*2

Synthesis of Super Lubricant Powder

Shoji YOSHIMOTO*1 and Takaaki MURAI*2

Industrial Research Center*1

グラファイトを化学処理し合成した酸化グラファイト (GO) の層間内にフラーレンを挿入することにより超潤滑粉末の合成を行った。グラファイトを化学処理後、アルキル鎖を有するアミンを添加することで層間をさらに拡張させた化合物を合成し、その化合物とフラーレンをトルエン溶液中で常温常圧下で混合することにより目的試料を合成した。合成した試料の粉末 X 線回折分析、赤外分光分析の結果からフラーレンが酸化グラファイトのナノレベルの層間内に挿入されていることが推測された。

1. はじめに

超潤滑システムを可能にする摩擦ゼロフィルムは、自動車等の大型機械からナノマシンまでさまざまなサイズの機械・機器に適用でき、摩擦の極めて少ない夢の摩擦ゼロマシンを実現することが期待できる。フラーレン (C₆₀) 単層膜をグラファイト層間に挿入することで、この摩擦ゼロフィルムを作製できることが理論的に確認されている¹⁾。

本研究では、超潤滑システムを可能にする新規固体潤滑材料の開発を目的に C₆₀ がグラファイト系化合物の層間に取り込まれた潤滑性に優れた粉末の合成を試みた。

2. 実験方法

2.1 試薬および実験装置

グラファイトは、アルドリッチ社製のフレーク状のものを用いた。また、グラファイトの化学処理には、和光純薬工業社製の試薬である硫酸、過マンガン酸カリウム、硝酸ナトリウムを用いた。

粉末 X 線回折分析は、リガク社製 X 線回折装置 RINT2200/PC を用い、また赤外分光分析装置は日本分光社製の FTIR-480Plus を使用した。

2.2 グラファイトの化学処理法および C₆₀ の挿入方法

0.35nm のグラファイト層間におよそ 0.7nm の直径を持つ C₆₀ を挿入するために、まずグラファイト層間を化学的及び熱的に処理をすることで、その層間を十分に拡張させ、その後 C₆₀ を挿入する方法により目的化合物の合成を試みた。

グラファイト層間の拡張は以下の方法により行った。

I) グラファイトを硫酸、過マンガン酸カリウム、硝酸

ナトリウムで処理を施すことで層間が拡張された酸化グラファイトを合成する。

II) 合成した酸化グラファイト (GO) の層間にアルキル鎖を有するアミンを挿入することで層間をさらに拡張する。

C₆₀ の挿入は、上述で合成した酸化グラファイトと C₆₀ をトルエン溶液中で混合することにより行った。

3. 実験結果及び考察

合成した酸化グラファイトを X 線回折装置により分析した結果を図 1 に示す。グラファイトの層間 0.34nm を表す $2\theta = 26^\circ$ 付近のピークは、酸化グラファイトでは観測されず、代わりに $2\theta = 11^\circ$ 付近に新しいピークが現れていることが分かる。

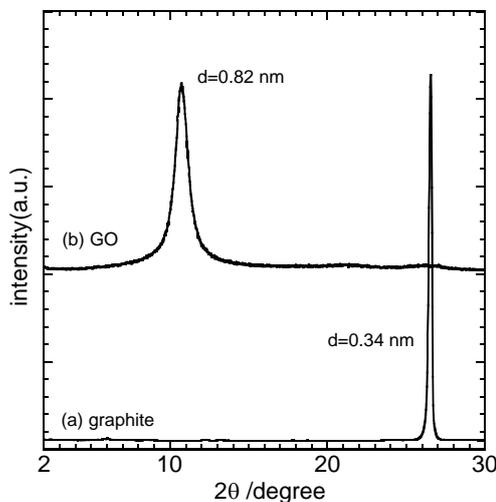


図 1 X 線回折パターン

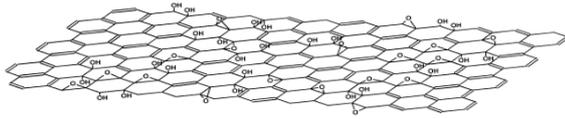


図2 酸化グラファイトの層間構造

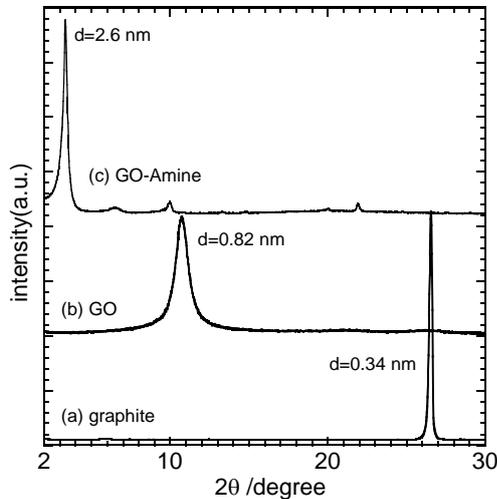


図3 X線回折パターン

グラファイト全ての層がおおよそ 0.8nm に拡張されたことを示している。酸化グラファイトの層間内の結合状態に関しては詳細は分かっていないが、酸素がグラフェンの炭素と結合した図2のような構造が推測されている²⁾。そのため、層間は親水基を多く有するため疎水性の C_{60} を酸化グラファイトに直接挿入することは難しい。そこで、合成した酸化グラファイトにアルキル鎖を有するアミンを加えることでさらに層間の拡張を行うとともに層間内を疎水性に変性することを試みた。アルキルアミン添加後の生成物のX線回折分析の結果を図3に示す。アルキルアミンを加えた酸化グラファイトは層間がおおよそ 2.6nm に大きく拡張していることが分かる。これは図4に示すように、例えばアルキルアミンのアミノ基の一部が酸化グラファイト内の酸素と分子間結合を形成したことにより層間を大きく拡張させたことが推測される³⁾。

トルエン溶液中でアルキルアミンを添加した酸化グラファイトと C_{60} を混合して生成した化合物のX線回折分析、赤外分光分析の結果をピュアな C_{60} の分析結果とともに図5に示す。

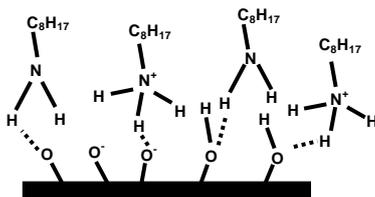


図4 アルキルアミンを添加した酸化グラファイトの層間

C_{60} は常温常圧下の自由な状態では C_{60} 分子をひとつの原子とみなした場合に面心立方構造をとり、その回折線が図5に示されるX線回折パターンとして現れる。また、赤外スペクトルでは C_{60} は対称性が極めて高いため、特徴的な4本の吸収のみが現れる。本研究で合成した生成物のX線回折パターンには C_{60} の回折パターンはほとんど見られていない。一方、赤外スペクトルには C_{60} の4本の吸収が明確に現れている。このことは、生成物中に C_{60} は存在しているが、それは面心立方構造をとっていないことを示唆している。すなわち、 C_{60} は結晶構造をとれる自由な状態ではなく拘束された空間で存在していることを意味しており、酸化グラファイトのナノレベルの層間内に存在している可能性を示しているといえる。

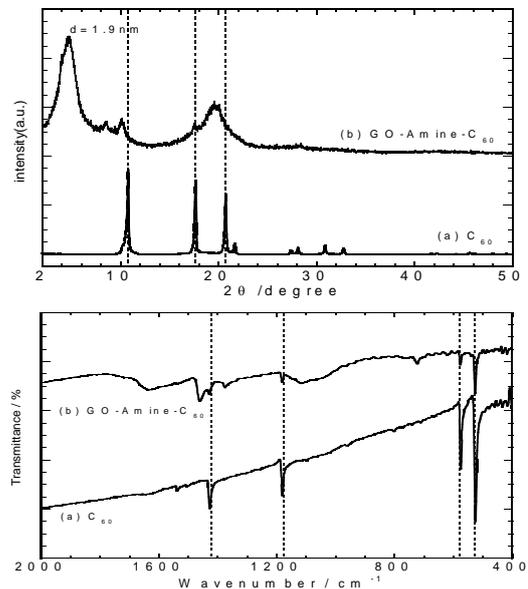


図5 アルキルアミンを添加した酸化グラファイトと C_{60} を混合して生成した化合物のX線回折パターン及び赤外スペクトル

4. 結び

本研究では C_{60} が酸化グラファイトの層間に取り込まれたナノ粉末の合成を試みた。グラファイトを化学的に処理することで、酸化グラファイトのナノレベルの層間に C_{60} が挿入された構造を有する化合物を合成することができた。

現在、このナノ粉末の潤滑特性を評価しているが、極めて良好な潤滑性能を示していることが確認できている。

文献

- 1) K. Miura et al., e-J. Surf. Sci. Nanotech., **3**, 21 (2005)
- 2) H. He et al., Chem. Phys. Lett., **287**, 53 (1998)
- 3) Y. Matsuo et al., Carbon, **45**, 1005 (2007)