

## 研究ノート

## フラーレン-酸化グラファイト複合材料の薄膜化

吉元昭二\*1、山口梨斉\*2、松本 望\*1

## Preparation of Fullerene-Graphite Oxide Composite Film

Shoji YOSHIMOTO\*1, Rise YAMAGUCHI\*2 and Nozomi MATSUMOTO\*1

Industrial Research Center\*1\*2

グラファイトを化学処理することで合成した酸化グラファイトの薄膜にフラーレンを挿入することにより超潤滑材料の薄膜化を試みた。PET 基材上で乾燥して作製した酸化グラファイト薄膜の層間にアミンとフラーレンを加えることで酸化グラファイトとフラーレンからなる複合材料の薄膜を作製した。合成した薄膜の 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に挿入されていることが推測された。また、その膜厚は電子顕微鏡写真から数百 nm であ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。フラーレン単層膜をグラファイト層間に挿入することによって、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<sup>1)</sup>。

これまでの研究<sup>2)</sup>において、グラファイトとフラーレンからなる化合物を合成することにより潤滑特性が非常に良好な材料を開発することができた。本研究では、その材料の薄膜化を試みた。

## 2. 実験方法

## 2.1 試薬および分析装置

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使用した硫酸、過マンガン酸カリウム、硝酸ナトリウムは和光純薬工業社製試薬を用いた。

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。電子顕微鏡は日本電子社製の JSM-6510 を使用した。

## 2.2 薄膜の作製

硫酸、過マンガン酸カリウム、硝酸ナトリウムで化学処理を施して層間が拡張された酸化グラファイトを合成<sup>2)</sup>した後、水に分散させ PET 基材上で酸化グラファイト薄膜を作製した。作製した酸化グラファイト薄膜をアミン及びフラーレンが溶解したトルエン溶液中に浸漬する

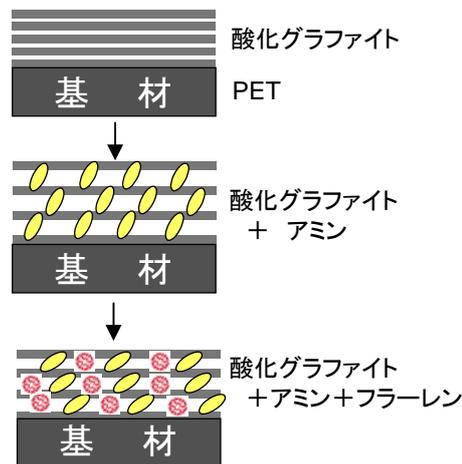


図1 フラーレン - 酸化グラファイト薄膜の作製法

ことでフラーレンが酸化グラファイトの層間に挿入された複合材料の薄膜の作製を試みた。この複合材料の作製法を図1に示した。

## 3. 実験結果及び考察

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することで合成した酸化グラファイトの粉末 X 線回折結果、及びその推定される構造は前報で報告した<sup>2)</sup>。合成した酸化グラファイトは、その構造に酸素や水酸基を多く有しており、水になじみやすい親水性の化合物である。そのため、酸化グラファイトを水に分散させ、PET 基材上で乾燥させることで酸化グラファイト薄膜を作製した(図2)。引き続き、作製した酸化グラファイト薄膜をアミン化合物が溶解したトルエン溶液

\*1 産業技術センター 化学材料室 \*2 産業技術センター 化学材料室 (現自動車・機械技術室)

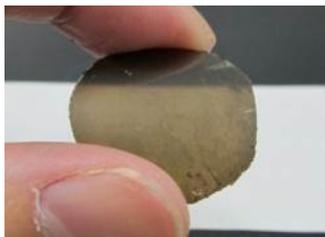


図2 PET 基材上の酸化グラファイト薄膜

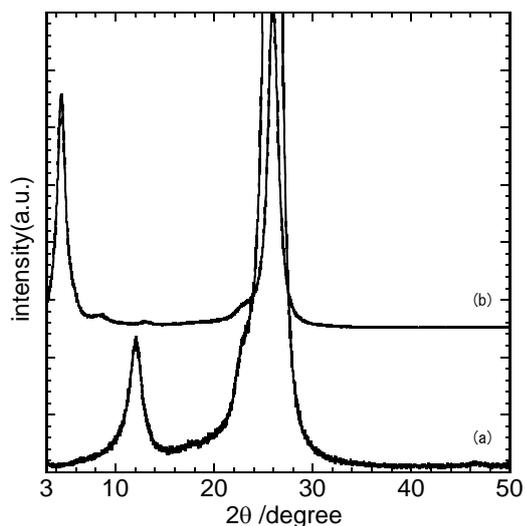


図3 X線回折パターン

(a)酸化グラファイト薄膜 (b)アミン添加酸化グラファイト薄膜

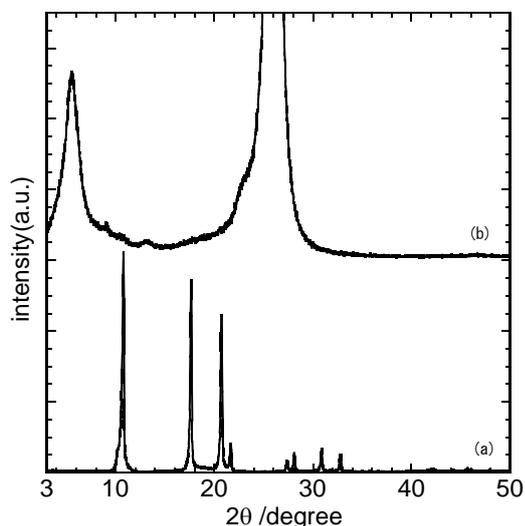


図4 X線回折パターン

(a)フラーレン (b)アミン及びフラーレン添加酸化グラファイト薄膜

に浸漬することで、アミンを酸化グラファイト層間に挿入し酸化グラファイトの層間を拡張した。

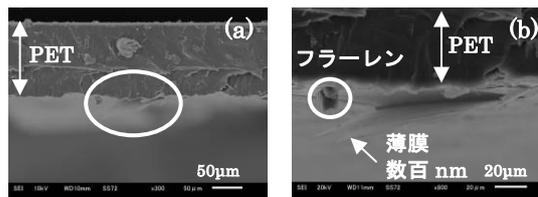


図5 PET 基材上の薄膜断面の電子顕微鏡写真

本研究では、この層間を拡張した酸化グラファイト薄膜をフラーレン/トルエン溶液に浸漬させることで、薄膜状態でフラーレンを酸化グラファイト層間に挿入させることを試みた。PET 基材上に作製した酸化グラファイト薄膜、及びアミンで層間を拡張させた酸化グラファイト薄膜のX線回折分析の結果を図3に示す。また、アミン処理後の酸化グラファイト薄膜をフラーレン/トルエン溶液に浸漬させたもの、及び純粋なフラーレンのX線回折分析の結果を図4に示す。これら化合物の結果は、粉末で作製した化合物の結果とほぼ同じであった<sup>2)</sup>。すなわち、酸化グラファイトの薄膜の状態からでもフラーレンをその層間に挿入できる可能性を示唆している。また、赤外分光分析のスペクトルからも粉末状態からのものと同様の結果が得られている<sup>2)</sup>。

図5に PET 基材上に作製した薄膜の電子顕微鏡による断面写真を示した。図5 (b)は(a)を拡大したものである。電子顕微鏡写真から、作製した薄膜の膜厚を推定したところ、PET 基材がおおよそ百数十 $\mu\text{m}$ であるのに対して、作製した薄膜は数百 nm であることが分かる。なお、結晶状に見えるものは表面に残っているフラーレンであると考えられる。酸化グラファイトは PET 基材に対して非常に製膜性が良好であり、本実験では薄膜状態から作製した材料でも粉末同様の分析結果が得られた。

#### 4. 結び

本研究では PET 基材上に薄膜化した酸化グラファイトの層間にフラーレンを挿入することで、前報<sup>2)</sup>までに作製してきた新規潤滑材料の薄膜化を試みた。薄膜状態にした酸化グラファイトから粉末合成時と同様にアミン、フラーレンを用いることで、従来作製してきた新規潤滑材料と同じ分析結果が得られる薄膜を作製することができた。今後、作製した薄膜が粉末同様の潤滑特性を示すか評価していく予定である。

#### 文献

- 1) K. Miura, D. Tsuda : *e-J. Surf. Sci. Nanotech.*, **3**, 21 (2005)
- 2) 吉元, 村井 : あいち産業科学技術総合センター研究報告, **1**, 28 (2012)