

セルロースナノファイバーを由来とする ナノカーボンエアロゲルの微粒化と特性解析

(東大院・農) ○桑田幸祐、田崎樹、藤澤秀次、齋藤継之、齋藤幸恵、磯貝明

【緒言】

カーボンナノチューブやフラーレン等のナノカーบอนは、電気や熱の伝導性が高く、機械的にも強いいため、フィラーとして他素材と複合化させる検討が盛んに進められている。しかし、一般的にナノカーบอนは凝集性が高く、かさ高い粉体を形成してしまうため、他素材との複合化において微粒化及び分散安定化が必須となる。近年当研究室では、TEMPO酸化セルロースナノファイバー (TO-CNF) の炭化により、高空隙率かつ大比表面積のナノカーボンエアロゲルを形成させるプロセスを確立した¹⁾。そこで本研究は、当該ナノカーボンエアロゲルのフィラー展開を目的として、エアロゲルの微粒化に着手することとした。

【実験】

1% w/v TO-CNF 分散液を 1 M 塩酸でゲル化し、ヒドロゲルを調製した。このヒドロゲルをエタノールで溶媒置換した後、超臨界乾燥に供することでエアロゲルを得た。このエアロゲルにヨウ素の蒸着処理を施し、管状電気炉を用いて窒素フロー (500 mL/min) 下で 500 °C まで昇温速度 2 °C/min で炭化した。その後さらに真空炉を用いて 2450 °C で 1 時間処理した。このようにして得られたナノカーボンエアロゲルに水を加え、超音波ホモジナイザーを用いて 40 分間の粉碎処理を施すことにより、ナノカーボン懸濁液を調製した。この際、濃度を 0.005 w/w % から 0.1 w/w % まで調整し濃度による分散性の比較を、また、粉碎時にドデシル硫酸ナトリウムおよびカルボキシメチルセルロースを界面活性剤として添加し、分散性の比較を行った。これらのナノカーボン懸濁液中の粒子について、電子顕微鏡観察や粒度分布測定等で解析した。

【結果】

ナノカーボンエアロゲルを湿式粉碎したところ、水中で懸濁安定化した。これらの懸濁液を 3 日間静置しても、粉碎物はほぼ沈殿することなく、懸濁状態を維持していた。また、懸濁液をナイロンメッシュフィルターで分画し、フィルターを通過した 7 μm 以下の画分 (約 20% w/w) について粒度分布を測定したところ、100 nm ~ 300 nm のサイズ範囲で比較的均一に微粒化していることが判明した。また、ナイロンメッシュフィルターを通過した微粒子を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察したところ、超音波ホモジナイザーによる粉碎処理後も、エアロゲルのナノファイバー骨格を維持したまま、微粒化していることが確認できた。

以上の結果より、セルロースナノファイバーを由来とするナノカーボンエアロゲルを湿式粉碎すると、構造上新規な多孔質ナノ粒子が調製できることが示された。

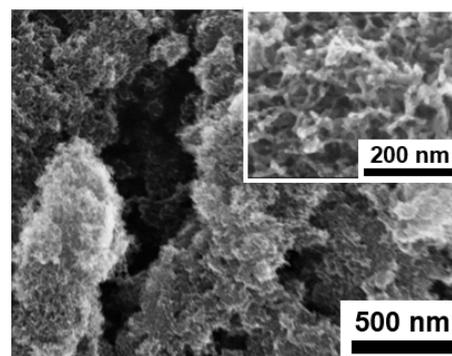


Fig. 1. SEM image of porous nanocarbon particles obtained by wet disintegration of the CNF-derived nanocarbon aerogels.

参考文献: 1) Kobayashi, Y.; Saito, T.; Isogai, A. *Angew. Chem.Int. Ed.* **2014**, *53*, 10394.

Kosuke KUWATA, Tatsuki TASAKI, Shuji FUJISAWA, Tsuguyuki SAITO, Yukie SAITO, Akira ISOGAI :
Graduate School of Agricultural and Life Sciences, The University of Tokyo, 1-1-1 Yayoi, Bunkyo-ku, Tokyo
113-8657, Japan, Tel: 03-5841-5271, Fax: 03-5841-5271, E-mail: k.k.tennis0801@gmail.com