

# X線光電子分光法(XPS)による還元した酸化グラフェン(rGO)の特製評価

大学院自然科学研究科（工学部物質生命化学科） 教授 松本 泰道  
大学院自然科学研究科（工学部物質生命化学科） 講師 鯉沼 陸央  
大学院自然科学研究科 博士後期 立石 光

**1. 緒言** グラフェンは様々な特性を有しており、特に、電子デバイスとしては現在一般的に用いられているシリコンを多くの点で凌駕することが分かってきた。しかしながら、グラフェンを大量に作製するには、高額な装置が必要とされている。酸化グラフェン(GO)は、安価な原料から比較的簡単な手法で、大量に作製可能であり、様々な方法により還元することで、グラフェンを作製しようとする試みが盛んに行われている。また、GO 自体にも、電極材料や電極触媒などの高い特性が見出されている。これらの特性は、GO 表面に存在する酸素官能基に大きく影響を受けることが知られており、この研究では、工学研究機器センターに設置してあるX線光電子分光法(XPS)により、酸化グラフェンの酸素官能基を詳細に検討した。

**2. 実験** 酸化グラフェン(GO)は、一般的な Hummers 法によって作製した。GO は、Hg ランプ照射による光還元、電気炉での加熱による熱還元、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  溶液中における電気化学還元、ヒドラジンをを用いた化学的還元によって還元した GO(rGO)を作製した。作製した GO および rGO は、XPS によって、炭素の化学状態を厳密に評価し、その還元状態を検討した。

**3. 結果と考察** ダイヤモンドは  $\text{sp}^3$  混成軌道から、HOPG は  $\text{sp}^2$  混成軌道から構成されているので、これらのピーク位置を基準にして、安息香酸ナトリウムから、カルボキシル基のピーク位置を決定し、さらに、カルボキシル基とアルキル鎖を持つドデカ二酸ナトリウムからは、アルキル鎖(CH)のピーク位置を決定した。同様にしてヒドロキノンとキノンの混合物からキノンからヒドロキシル基とカルボニル基のピーク位置を求めた。以上の結果からの結果、GO の C1s のピーク分離は、 $\text{sp}^2$  C=C (284.6 eV)、CH, 欠陥 (285.0eV)、 $\text{sp}^3$  C-C (285.5 eV)、ヒドロキシル基 C-OH (286.4 eV)、エポキシ基 C-O-C (287.2 eV)、カルボニル基 C=O (287.7 eV)、カルボキシル基 O=C-O (288.8 eV)の7つに分割することができた。また、還元方法によって、表面に存在する炭素官能基の種類が大きく変化することが分かった。電気化学還元では、CH 基が多く存在するのに対して、熱還元およびヒドラジン還元では、 $\text{sp}^2$  二重結合が復活することがわかった。

以上の結果から、X線光電子分光装置(XPS)は、物質の化学状態を厳密に評価するために、非常に有効な装置であることが示された。

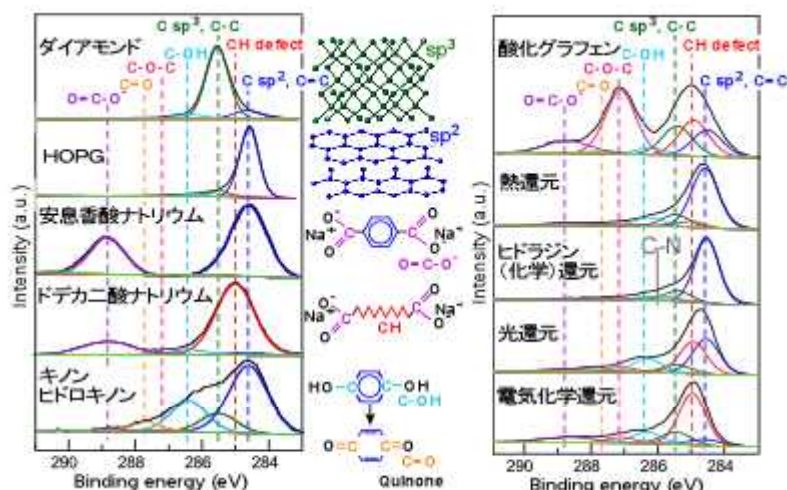


Fig.1 標準炭素含有サンプルと酸化グラフェン、還元した酸化グラフェンの XPS C1s スペクトル