

グラフェン/ニッケル複合めっきの作製とその特性解析

大学院自然科学研究科 前期課程 片平健太

〃 後期課程 佐藤徹哉

〃 教授 松本泰道

1. 緒言

グラフェンは優れた電氣的、機械的、化学的特性を有しており、最も注目されているナノ材料の一つである。現在、様々な分野でその作製と特性解析が行われており、トランジスタ、透明電極、液晶デバイス、ウルトラキャパシタなど多彩な活用が期待されている。表面処理の分野においてもこのグラフェンを複合めっきとしてめっき皮膜に導入することで、導電性やめっき皮膜の硬度向上など新規な機能性発現が期待できる。そこで本研究では、グラフェンをニッケル皮膜に導入することで、グラフェン/ニッケル複合めっきを試み、その特性解析を行った。

2. 実験

酸化グラフェンはHummer's法により作製した。まず、グラファイト粉末(99.999%) 0.25 g と NaNO_3 0.25 g を H_2SO_4 11.5 mL に加え氷浴中で 30 min 攪拌を行った。これに KMnO_4 3 g を加え、 35°C で 1 h 攪拌した。純水 23 mL を添加し、 95°C で 1 h 攪拌し、さらに純水 100 mL、 H_2O_2 3 mL を加えた。遠心分離で分離した粉末を塩酸および純水で洗浄し、 70°C で 1 day 乾燥させた。次に、酸化処理したグラファイト粉末を純水に添加し、2 h 超音波処理した後、10000 rpm で 90 min 遠心分離を行い、上澄み液と沈殿物を分離することで、剥離した酸化グラフェン溶液を得た。これに Ni Watt 浴組成(NiSO_4 300 g/L、 NiCl_2 60 g/L、 H_3BO_3 30 g/L)になるよう金属塩を添加し、グラフェン/ニッケル複合めっき浴を調製した。陰極に銅版(被めっき部 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$)、陽極に Ni 板を用いて浴温 50°C 、電流密度 5 A/dm^2 、電解時間 20 min の定電流電解法で電解を行った。

3. 結果と考察

得られた酸化グラフェン溶液は沈殿することなく安定して分散しており、AFM より単層剥離したグラフェンの状態を確認した。図 1 にグラファイト粉末および得られた電析膜のラマンスペクトルの結果を示す。(a)はグラファイト粉末のラマンスペクトルの結果であり、 1590 cm^{-1} 付近と 1360 cm^{-1} 付近にそれぞれピークが観測された。 1590 cm^{-1} 付近のピークは G バンドと呼ばれ、グラファイトに関するピークである。また、 1360 cm^{-1} 付近のピークは D バンドと呼ばれ、主にグラフェンの結晶の欠陥に起因するものである。この二つのピークはグラファイトおよびグラフェンに特有のピークである。(b)のグラフェン/ニッケル複合めっき浴から得られた電析膜では、ブロードな G および D バンドが観察されたが、酸化グラフェンを含まない Ni Watt 浴からの電析膜(c)では確認されなかった。次に、表面の C のケミカルシフトを調査するため、電析膜を XPS で評価した。図 2 に XPS C1s スペクトルを示す。グラフェン/ニッケル複合めっき浴から得られた電析膜の(a)では、C-C 由来の 285 eV よりも高エネルギー側の 289 eV 近傍において、C-O 結合由来のピークが微弱ながら検出された。これらの結果から、Ni 電析膜内へ酸化グラフェンが複合化されたことが示唆される。なお発表では、複合化した電析膜の特性評価の結果も併せて報告する。

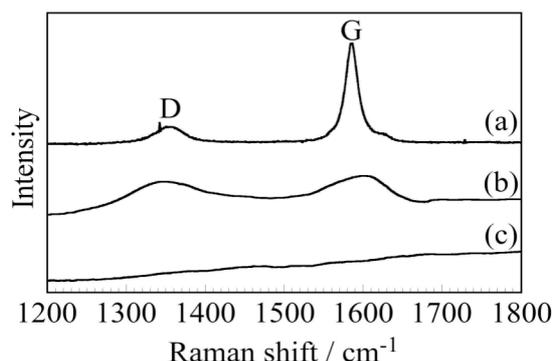


Fig. 1. Raman spectra of graphite and Ni deposits. (a)Pure graphite powder (b)Oxide grapheme / Ni composite deposit (c) Pure Ni deposit

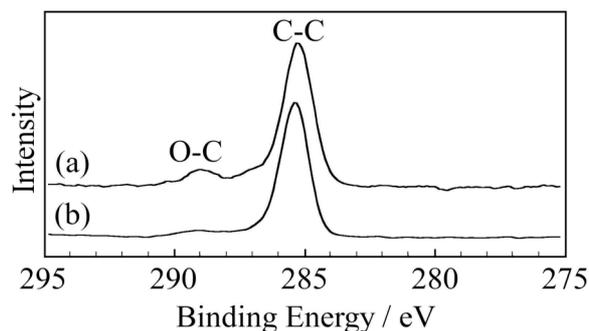


Fig. 2. C1s XPS spectra of Ni deposits. (a) Oxide grapheme / Ni composite deposit (b) Pure Ni deposit