

日産科学振興財団 理科／環境教育助成 成果報告書

回次：第 **4** 回 助成期間：平成 **19**年11月1日～平成 **20**年10月31日（期間 **1**年間）
テーマ：家庭用アーク溶接機を用いたフラーレン合成教材の開発
氏名： **齊藤 貴之** 所属： **八戸工業高等専門学校物質工学科** 登録番号： **07274**

1. 課題の主旨

特異な形状と性質を持つフラーレンは、新たな炭素材料として様々な分野で応用されている。その研究分野は最先端の分野であり、フラーレンという名前を聞いたり、本で読んだりすることはあっても、中学生や高校生が実際に見ることは少なく、大学などの研究室に訪問して見学する必要がある。物質を実際に見ることは、理解を深める上で重要な要素であるため、フラーレン合成を教材として開発し、授業に活用することは非常に有意義であると考え。

一方で、教材とするには簡単で安価な設備で合成設備を準備する必要がある。汎用的な教材とするには市販のもので設備を組むのが望ましい。フラーレンは炭素電極間のアーク放電により合成されるが、アーク放電を行うものとしては、家庭用溶接機が安価で入手しやすい。したがって、アーク溶接機を用いて反応器を組み上げれば、教材用のフラーレン合成装置が比較的容易にできる。

そこで本研究では、市販のアーク溶接機を用いてフラーレン合成教材を開発し、授業で使用することを目的とした。

2. 準備

本研究は、教材開発研究および実践研究で構成されている。

- 1) 教材開発研究：八戸工業高等専門学校・物質工学科4年生の「創成化学」の授業内で装置開発を行う。「創成化学」は各学生が自由に実験テーマを設定し、各自で実験を行う科目である。
- 2) 実践研究：八戸工業高等専門学校・物質工学科1年生の「物質工学概論」の1回分の講義で、演示実験を行う。

3. 指導方法

1) 教材開発研究

研究室に配属された4年生2名で装置開発を行った。週1回の授業を15回分で開発を行った。フラーレン合成装置は以下の条件を変化させ組み立て、合成実験を行った。①炭素棒の直径、②アーク溶接機の種類、③触媒用金属の有無。反応後は、生成物の確認を行い、最適条件を検索した。

2) 実践研究

1年生43名に対して物質工学概論の一部で演示実験を行った。

4. 実践内容

1) 教材開発研究

反応器は2L三ツロフラスコを使用し、不活性ガスはヘリウムとした。炭素棒の直径はφ3mmとφ5mmの2種を使用した。アーク溶接はもともとあった「交流」型と、新たに「直流」型を入手し使用した。触媒用金属は、モリブデンおよび鉄を使用した。

アーク放電の時間は、教材として使用することを目的としているため、短時間で終了できる 5 分以内とした。(説明や実験を含めて、90 分以内に作業を終えることを想定した。)また、アーク放電時には大量の紫外線が発生するため、保護メガネが無ければ眼に有害である。安全を考慮すると放電時間は短い方が望ましい。

反応後、反応器内に生じた煤をトルエンなどの溶媒に溶かし、分光光度計(島津 UV1600PC)で吸収スペクトルを測定した。また、触媒用金属板は、表面を光学顕微鏡(オリンパス BX60M)により 200~500 倍で観察した。

2) 実践研究

1 クラスの人数分の保護メガネが用意できなかったため、実験の一部として、アーク放電の様子および反応による煤の生成を確認させた。

5. 成果・効果

1) 教材開発研究

本研究では、 $\phi 5\text{ mm} \times 3\text{ cm}$ の炭素棒 2 本を陽極・陰極それぞれに使用し、「直流」型アーク溶接機で放電させた場合にフラーレンが生成できた(図 1)。このとき触媒用金属は使用せず、フラスコ内はアスピレーターで脱気後、ヘリウムを充填した。ヘリウムの圧力はボール用空気圧計を用いて 0.1 気圧に設定した。また反応器とするフラスコは氷水に浸し、反応器全体を氷冷した。反応は 20~30 秒の放電を 5~6 回繰り返して行った。全放電時間は 5 分以内である。

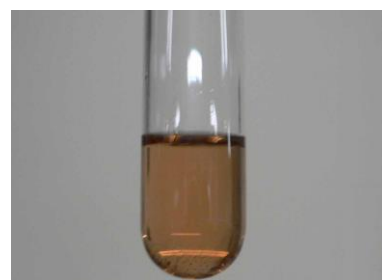


図 1 生成したフラーレン(トルエン中)

さらに、触媒用金属としてモリブデン板を入れ、「交流」型アーク溶接機で反応させた場合、ダイヤモンド状の生成物が得られた。生成物の確認は光学顕微鏡による視認のみであるため、今後詳細な分析を行う予定である。

以下に各条件における結果を詳述する。

① 炭素棒の直径

今回の研究では、 $\phi 5\text{ mm}$ の炭素棒を使用するとフラーレンが生成しやすかった。アーク溶接機は一般家庭用の 100 V 電源を使用しており、 $\phi 3\text{ mm}$ では電流が多く流れすぎ蒸発する前に焼き切れてしまった。 $\phi 5\text{ mm}$ では継続して炭素が蒸発していた。電流が一定であるため、炭素棒の太さ(面積)と電流には相関があり、装置の電源(電流)により適切な太さの炭素棒を選ぶ必要があると言える。 $\phi 5\text{ mm}$ より太い炭素棒では実験を行っていないが、電流が少なく十分に蒸発しないと思われる。

② アーク溶接機の種類

アーク溶接機は「交流」型が安価で入手しやすいため、当初は「交流」型のみで実験を行った。しかしながら、「交流」型では生成する煤が少量であるだけでなく、煤はベンゼンやトルエンなどの溶媒に溶解しなかったため、フラーレンが合成されていなかったと考えられる。アーク放電によるフラーレン合成では、炭素棒に直流電流を流し、炭素を一定時間継続して蒸発させている。一方、「交流」型アーク溶接機では、炭素棒の極性が一定周期毎に入れ替わるため、蒸発する炭素棒も同じく入れ替わる。そのため、炭素を十分に蒸発させることができずフラーレンを合成できなかったと思われる。

新たに購入した「直流」型アーク溶接機を使用した場合、炭素棒の蒸発が継続し、煤が大量に生成した。煤はトルエンに溶解でき、吸収スペクトルからフラーレンと同定した。しかしながら、フラーレン以外の生成物も存在することが

示唆された。アーク放電によりフラーレンを合成する場合、炭素が 60 個のフラーレン以外に炭素 70 個の化合物など様々合成されることから、純粋なフラーレンを得るにはクロマトグラフィーなどの精製操作が必要である。今回は精製装置が無かったため、この操作はできなかった。

③触媒用金属の有無

触媒として金属板を入れない場合は、フラーレンが合成されたが、モリブデン板を放電部近傍に入れた場合は、板が変色した(図 2a)。板の表面を 500 倍の光学顕微鏡で確認すると、ダイヤモンド状の化合物が多数付着していた(図 2b)。ダイヤモンド状の化合物は、どちらのアーク溶接機でも生成するが、「直流」型に比べ「交流」型の方が圧倒的に多く生成した。

気体のメタノールを熱フィラメントで分解しダイヤモンドを合成する CVD 法では、モリブデン板上にダイヤモンドが合成される。本研究の装置でも、アーク放電で蒸発した炭素がモリブデン板上でダイヤモンド状に再結合したと考えられる。また、「交流」型溶接機では炭素棒が交互に蒸発するため、それぞれ対方向から蒸発した炭素がぶつかりやすく、再結合しやすかったと思われる。



図 2 (a)反応後のモリブデン板(上)と
(b)板状のダイヤモンド状化合物(下)

2) 実践研究

授業で行った演示実験では、アーク放電をさせ煤ができることを確認させた。煤を見ただけではフラーレンかどうか分かりにくいですが、トルエンに溶解させると着色するため普通の煤ではないことを認識させられた。しかしながら、生成物がフラーレンであることを直感的に認識させることは難しく、今後工夫する必要がある。

6. 所感

今回開発した家庭用アーク溶接機を用いたフラーレン合成教材は、身近に手に入るもので組み立てることができた。反応時間は短時間であり、生成物の確認もトルエンの着色だけであるため、複雑な操作は必要としなかった。実験教材としては使いやすいものができたと言える。一方で、本研究の目的ではなかったものの、合成することができたダイヤモンド(状の化合物)の方が直感的に認識させるには向いており、授業の教材として使用する場合にはフラーレン合成より向いているかもしれない。

7. 今後の課題や発展性について

今後の課題として、材料費があげられる。アーク溶接機は「交流」型で4~5万円、「直流」型で7~8万円、今回使用した2Lのフラスコが2万円程度である。これら以外に細かい部品費として、合計で4~5万円程度必要である。教材とするには、さらに安価な材料で組み上げる必要がある。また、今後の発展性については、本装置のダイヤモンド合成教材への展開があげられる。まだ詳細な実験を行っていないが、これまでの結果からダイヤモンド合成教材も開発できると期待される。

8. 発表論文、投稿記事、メディアなどの掲載記事

平成 21 年発行の「高専教育」に投稿予定。その他、報告なし。

【教材制作方法】

- ・実施内容が教材開発の場合、ここから1～2ページ使って、教材の制作方法を記載願います
- ・実施内容が教材開発でない場合、このページ以降を削除願います

●フラーレン合成装置の組み立ておよび合成方法

①反応器の組み立て

反応器の全体写真を図3に示す。反応器は2Lの三ツロセパラブルフラスコである。各口にはゴム栓をする。左の口にはヘリウム導入用のガラス管と1つめの銅線、真ん中の口には2つめの銅線、右の口には脱気用のガラス管をそれぞれ差し込む。2本の銅線の先にはそれぞれ炭素棒を細い銅線で縛り付ける。アーク放電により溶けた銅線がフラスコの底に落下することもあるため、銅線を受け止める金網をフラスコの底に入れる。触媒用の金属板を入れるときは、炭素棒の真下の金網の上に置く。最後にフラスコを固定する。

フラスコは氷水を入れた洗面器に浸し、全体を氷冷する。ヘリウム導入ガラス管と脱気用ガラス管には真空チューブを繋げ、それぞれヘリウムボンベおよび脱気用ビンと接続する。脱気用ビンには、圧力計を差し込んでおり、アスピレーターと接続している。2本の銅線は、それぞれアーク溶接機の電極と接続する。感電防止のため、アーク溶接機の電源コードは実験を開始するまで、コンセントには差し込まない。

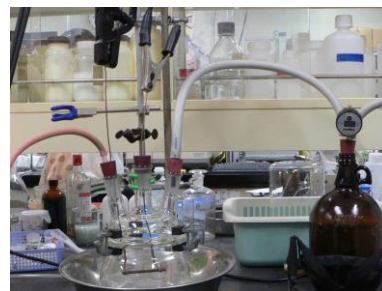


図3 反応器の全体写真

②合成方法

最初にアスピレーターで反応器内を脱気する。脱気後、圧力計を見ながら0.1気圧までヘリウムを導入する。保護メガネ(できるだけ紫外線が防止できるもの、溶接用のマスクなどでも良い)と、感電防止用の革手袋を着用し、アーク溶接機の電源コードをコンセントに差し込みスイッチを入れる。

2本の炭素棒が1mm程度離れていれば、スイッチを入れた瞬間にアーク放電が始まる。炭素棒が接触していれば放電しないため、溶接機の電極クリップを動かすことで2つの炭素棒を僅かに引き離すと放電が始まる。反応器内の状態を確認しながら20～30秒の放電を5～6回繰り返す。放電により蒸発した炭素は煤として反応器内を漂い、最終的にフラスコの内側に付着する。フラスコ全体が真っ黒になれば放電を終了させる。放電を終了させたら必ず溶接機の電源を切り、コンセントからコードを抜く。反応後のフラスコを図4に示す。



図4 反応後のフラスコ

【注意事項】 市販のアーク溶接機には内部に感電防止装置が組み込まれているが、安全のため必ず革手袋を着用する。また実験台や床など周りが濡れていないか確認する。特にフラスコは氷水に浸しているため、濡れないように注意する。さらに放電中は強い紫外線が出ているため、放電者だけでなく周囲の見学者も必ず保護メガネをする。保護メガネが無い見学者いる場合、放電実施者は見学者がアークを直接見ないように注意してから放電を行う。

③フラーレンの確認

銅線からアーク溶接機の電極を外し、反応器内を大気圧に戻した後、フラスコをあける。内側に付着した煤を薬包紙などに回収し、トルエンに溶解する。フラーレンが合成されていれば、溶液は着色する。炭素棒を削った粉はトルエンに溶解せず溶液は着色しない。両者を比較すれば、フラーレンの合成が確認できる。