

メカノケミカル還元法による SiO 粉体の合成

(名工大、セラ研)○長谷川博紀、白井 孝、仙名 保、藤 正督

【諸言】

メカノケミカル(Mechanochemical)は、機械的な力を加えて、化学的性質を変化させる手法である。メカノケミカル法によるポリマーと酸化物の反応は多くの研究がされ、様々な反応があるが、その一つにメカノケミカル還元がある。報告されている例として、チタニアとポリテトラフルオロエチレン(PTFE)を、遊星ボールミルによりメカノケミカル処理を行うことで、チタニアが還元されることなどがある。その還元メカニズムとしてポリマーの酸化分解反応が考えられている。同様に、メカノケミカル還元にてポリマーと SiO₂ をメカノケミカル処理することで、SiO₂ が還元され、電池のリチウムイオン電池の負極材料として注目されている、SiO 粉体の合成ができるのではないかと考えた。メカノケミカル法による合成方法は、従来の SiO の合成方法と比べると、エネルギー、コストの面でメリットがあると考えられる。本研究では、SiO₂ と PP を原料にして、メカノケミカル処理をすることで SiO 粉体を合成し、そのメカニズムの解明を試みた。

【実験方法】

SiO₂ を 1.8g、PP を 0.18g と直径 15mm、5mm の ZrO₂ 製ボールをそれぞれ 6 個 ZrO₂ 製の容量 80ml のポットにいれ、遊星型ボールミル(Fritsch 製,PULVERISETTE5classicline P-5)を用いて回転速度 300rpm で 3 時間メカノケミカル処理をした。酸化状態の評価のために X 線光電子分光装置 (XPS、ULVAC-PHI 社製 PHI5000VersaProve)、炭素成分の評価のためレーザーラマン分光光度計 (Raman、日本分光(株)製 NRS-3100) を用いた。

【結果と考察】

Fig1、2 に XPS (Si2p) と XPS(O1s)のピークを示す。原料の SiO₂ と比べ PP と SiO₂ を 3 時間メカノケミカル処理したものは、低エネルギー側にピークがシフトした。これと SiO₂ と SiO の比較により、SiO₂ は還元されたと考えられる。Raman 測定では 1600cm⁻¹ 付近に炭素の環状構造等に起因するピークがみられた。これは機械的エネルギーによって生成したラジカル同士が結合して環状構造を作ったためと考えられる。これより、PP が機械的エネルギーを与えられ結合が切れることでラジカルを発生し、酸化分解反応により分解する課程において、SiO₂ 中の酸素を奪うことで SiO₂ が還元されたのではないかと考えられる。

【参考文献】

- 1) Mamoru Senna J Soc.powder Technol,japan,50,436-446(2013)

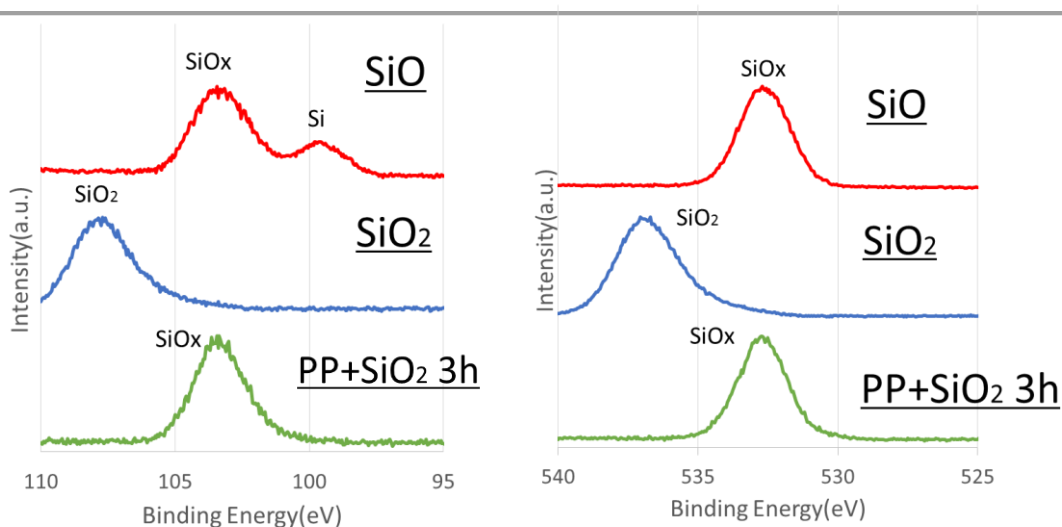


Fig1 XPS(Si2p)による酸化状態の評価

Fig2 XPS(O1s)による酸化状態の評価