

A11 遊星ボールミル処理による SiO 粉体の構造変化とその評価

(名工大 セラ研)

○LeeJeongBin・池内大道・XinYunJi・白井孝

E-mail: shirai@nitech.ac.jp

[緒言]

メカノケミカル(MC :MechanoChemical)法とは粒子に機械的なエネルギーを加えることによって粒子表面を活性化させる手法であり、一般的には遊星ボールミルを用いボールと粉末を高速で回転させ、ボールと粉末の衝突によりエネルギーを与え粉末表面にあらゆる変化を起こす。遊星ボールミルによって粉碎・せん断された粒子表面には結晶構造の歪みが生じ、イオンの溶出量が増加する効果が得られる。池内らは遊星 MC 処理をした SiO 粉末に塩基性溶液を滴下することで無焼成固化体を作製することに成功した¹⁾。しかし、アモルファス SiO₂とナノサイズの Si 粒子が SiO₂の亜酸化物で繋がっている SiO の構造を考慮すると²⁾、遊星ボールミルによって SiO 粒子の結合構造がどのように変化するのかは明らかになっていない。したがって、本研究では SiO 粉末に様々な条件で遊星ボールミルを行い、処理前後の結合状態の変化を観察し、その応用について考察した。

[実験方法]

SiO 粉末(大阪チタニウムテクノロジーズ、平均粒径 5 μm)3g を 80ml のジルコニアポットにそれぞれ 5mm, 10mm, 15mm のジルコニアボール 40g と入れた。遊星ボールミル条件は回転速度を 300rpm にし、処理時間を 1 時間と 3 時間に変えながらボールサイズと処理時間による変化を観察した。ボールミル中のポット内部は SiO 粉末の酸化反応を防ぐため Ar 雰囲気置換した。評価は処理前の SiO と各条件での処理粉体に対して粒度分布、FT-IR、XRD、SEM、BET、ICP、SEM により評価した。

[結果]

まず、処理前後の粒度分布と SEM を観察したところ、平均 5 μm の原料粉体は遊星ボールミルによって粒径 1 μm 以下の粒子に粉碎、また粉碎された粒子同士が凝集して粒径 10 μm 以上の凝集体になっていることが確認できたが、処理条件による違いはなかった。BET と ICP により LiOH 溶液での比表面積あたりの Si⁴⁺イオン溶出量を測定した結果、処理後のサンプルのイオン溶出量が 2 倍から 7 倍まで増加していることが確認できた。XRD 結果からは 15mm のボールを用いたサンプルに対して Si 結晶のピークが検出され、いわゆる SiO の不均化反応が行われていることが確認でき、XPS 測定からも不均化反応の確認ができた。詳細については当日報告する。

1) 池内大道、第 28 回秋季シンポジウム、ケイ素系無機材料の表面活性とその応用、(2015)

2) AkihikoHirata, Nature Communication, 7:11591, DOI: 10.1038/ncomms11591, (2016)