

## 高速遊星ボールミルによる高温高压相鉄系複合酸化物の衝突合成 Collision Synthesis of Fe-based Complex Oxides with High Temperature and High Pressure Phase by High-Speed Ball-Milling

橋新 剛<sup>1\*</sup>, 譚 振権<sup>1</sup>, 山本 和広<sup>1</sup>, 裘 南<sup>1</sup>, 大原 智<sup>1</sup>Takeshi Hashishin<sup>1\*</sup>, Zhenguan TAN<sup>1</sup>, Kazuhiro YAMAMOTO<sup>1</sup>, Nan QIU<sup>1</sup>, Satoshi OHARA<sup>1</sup><sup>1</sup> 大阪大学<sup>1</sup>Osaka University

### 1. 研究背景

遊星ボールミルを用いたメカノケミカルな手法は粒子を微細化するのに適している (Ohara et al., 2008). 一般に、この手法は合成に用いる出発物質の微細化、工業用産業廃棄物のダウンサイジングに用いられる。対して、高速遊星ボールミルによる 150 G の高い遠心力はスチールボール同士の高い衝突エネルギー (主に、ボール同士のせん断応力によるエネルギー) を実現可能である。我々は以前に、エアンデ隕石内のオニオンカーボン (Smith et al., 1981) にヒントを得て、スチールボール同士の高い衝突エネルギー (150 G) によりナノカーボンの合成に成功している (Ohara et al., 2010; Tan et al., 2010)。得られたナノカーボンは、カーボンナノリング、カーボンナノチューブ、カーボンオニオンの 3 形態であった。AFM により観察された新規なカーボンナノリングは数十 nm の直径であった。ボール同士の衝突による局所的な高温状態での気相反応がカーボンナノリングの生成に寄与したと考えられる。このメカノケミカル効果は鉄系複合酸化物の合成 (Ohara et al., 2010) にも応用可能である。

### 2. 実験方法

アタナーゼ粉末 (ST-01: 平均粒径 7 nm、石原産業製) を 10 cm<sup>3</sup>、ボール (SUS440C: 直径 3 mm、鉄系固溶体: 83 wt% Fe, 16 wt% Cr, 1 wt% C) を 50 cm<sup>3</sup> を量り取り、ミルポット (SUS440C、容積: 180 cm<sup>3</sup>) 内に充填した。ミルポットを High-G (BX254E、栗本鐵工所製) に設置し、150 G で 3 時間のボールミリングを行った。得られた粉体の生成相は粉末 X 線回折 (UltimaIV: CuK $\alpha$ 、理学電機製) を用いて同定し、その微細構造を電界放出透過電子顕微鏡 (JEM-2100F: 200 kV、日本電子製) で観察した。

### 3. 結果と考察

図 1(a) に原料粉末、図 1(b) にスチールボール (SUS440C) を用いて 150G で 3 時間処理した生成相の X 線回折 (XRD) パターンを示す。図 1(a) を無機材料データベース (物質・材料研究機構 (NIMS)) と照合した結果、原料粉末はアタナーゼ相のみであることがわかった。図 1(b) は鉄のピークを除いて、ほとんどがイルメナイト相に帰属された。一般に、イルメナイトは固相反応により 1200°C 以上で生成する (Grant et al., 1972)。スチールボール同士の衝突によるより高い衝撃を介して、ステンレススチールポット内の温度が局所的に 1200 °C 以上に上昇していたと考えられる。面白いことに、ブラッグ回折角 (2 $\theta$ ) が 32~34° の範囲において、高温高压相の Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> が鉄リッチイルメナイト (Fe<sub>1.5</sub>Ti<sub>0.5</sub>O<sub>3</sub>) および化学量論組成イルメナイト (FeTiO<sub>3</sub>) と共存していた。尚、Fe<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> の 2 $\theta$  値は文献 (Nishio-Hamane et al., 2012) から抽出した。

キーワード: 高速遊星ボールミル, 衝突合成, 鉄系複合酸化物, 高温高压相

Keywords: High-speed ball-milling, Collision synthesis, Fe-based complex oxides, High temperature and high pressure phase

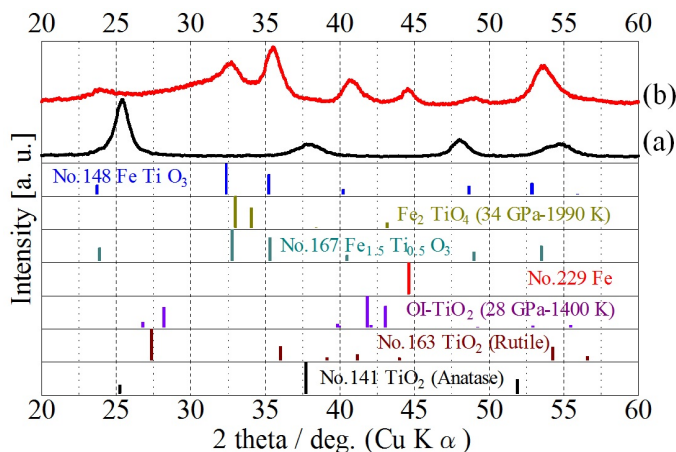


図 1 X 線回折パターン

(a) 原料粉体

(b) 生成物 (150 G×3 時間)