## 無酸素ポリカルボシランの合成

(群馬大院理工 <sup>1</sup>・東京工科大セラミックス複合材料センター<sup>2</sup>・高崎量子応用研究所 <sup>3</sup>) ○宮嶋 風輝 <sup>1</sup>・久新 荘一郎 <sup>1</sup>・佐藤 光彦 <sup>2</sup>・杉本 雅樹 <sup>3</sup>・出崎 亮 <sup>3</sup> Synthesis of Oxygen-Free Polycarbosilane (<sup>1</sup>*Graduate School of Science and Technology*,

Synthesis of Oxygen-Free Polycarbosilane (<sup>1</sup>Graduate School of Science and Technology, Gunma University, <sup>2</sup>The Center for Ceramic Matrix Composites, Tokyo University of Technology, <sup>3</sup>Takasaki Advanced Radiation Research Institute) (Fuki Miyajima, <sup>1</sup> Soichiro Kyushin, <sup>1</sup> Mitsuhiko Sato, <sup>2</sup> Masaki Sugimoto, <sup>3</sup> Akira Idesaki<sup>3</sup>

Silicon carbide fibers are an excellent material with high heat resistance and tensile strength. However, a trace amount of oxygen contained in the fiber reduces heat resistance and other properties. Recently, we synthesized oxygen-free poly(dimethylsilylene) as a starting material of oxygen-free silicon carbide fibers. In this study, we synthesized oxygen-free polycarbosilane by using oxygen-free poly(dimethylsilylene) and studied its properties.

Keywords: Silicon Carbide Fiber; Oxygen-Free Polycarbosilane; Oxygen-Free Poly(dimethyl-silylene)

炭化ケイ素繊維は優れた耐熱性材料であるが、微量に含まれている酸素のため、耐熱性などの物性が低下することが知られている。当研究室では最近、無酸素炭化ケイ素繊維を合成するための出発原料として無酸素ポリ(ジメチルシリレン)を合成した<sup>1)</sup>。本研究では、無酸素ポリ(ジメチルシリレン)を用いて、無酸素ポリカルボシランの合成を行った。

$$Me \xrightarrow{\text{Ne}} Me \xrightarrow{\text{Ne}} Me \xrightarrow{\text{Ne}} Me \xrightarrow{\text{Ne}} Me \xrightarrow{\text{Ne}} Me$$

まず、ポリカルボシランの  $^{1}HNMR$  スペクトルの測定によって、微量の酸素を検出できることを明らかにした。従来の酸素を含むポリカルボシランでは、3.3 ppm 付近にメトキシ基のシグナルが観測される(図 1(左))。このメトキシ基のシグナルは無酸素ポリカルボシランでは大きく減少する(図 1(中))。さらに紡糸後のポリカルボシランのメトキシ基のシグナル強度は紡糸前とほとんど変化していなかった(図 1(右))。したがって紡糸の過程では酸素は混入しないことがわかった。

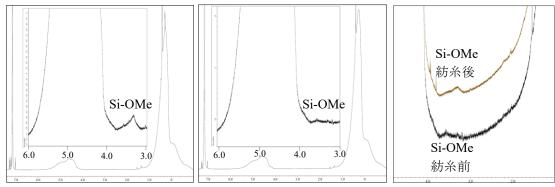


図 1. ポリカルボシラン(左:従来品,中央と右:無酸素品)の  $^{l}H$  NMR スペクトル ( $C_6D_6$ ).

1) S. Kyushin, K. Mizoguchi, T. Tanaka, T. Yamanobe, K. Hayashi, *Organometallics* **2020**, *39*, 4651.