

エタノール溶液中での自己組織化による広い層間距離を持つ 高結晶水酸化ニッケルナノシートの合成

Synthesis of high-crystalline nickel hydroxide nanosheets having large interlayer spacing
by a self-assembly process in ethanol solution

○秦野 和也、東 沙織、高橋 裕、小塩 明、小海 文夫 (三重大院工)

○Kazuya Hatano, Saori Azuma, Yutaka Takahashi, Akira Koshio, Fumio Kokai

(Grad. Sch. of Eng., Mie Univ.)

E-mail: koshio@chem.mie-u.ac.jp

【緒言】

水酸化ニッケル($\text{Ni}(\text{OH})_2$)は、二次電池の電極材料やキャパシタ材などに用いられている。その結晶構造には、 β 相(JCPDS file No: 14-117; $a = 0.313$ nm, $c = 0.463$ nm)以外に、構造中に水が入り込むことで c 軸方向の層間距離が広がった α 相(JCPDS file No: 22-444; $a = 0.534$ nm, $c = 0.750$ nm)の2種類がある。 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ の合成方法としては、塩基性溶液中でニッケル塩を反応させる方法が一般的であるが、オートクレーブを用いたり、溶媒や原料のニッケル化合物の種類を変えることでナノシート状の $\text{Ni}(\text{OH})_2$ を合成することも可能である。

本研究では、塩化ニッケル(NiCl_2)無水物とアルコールを用いた $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ナノシートの新しい合成方法を報告する。また、X 線回折の結果よりこの手法で作製した $\text{Ni}(\text{OH})_2$ は既知の結晶構造とは異なることがわかった。この材料は、安定した構造と広い層間距離を持つため電気二重層キャパシタ等の電極材料や触媒材料への応用が期待できる。

【実験】

同体積のエタノールと水を混合した溶媒に 5.18 g の NiCl_2 無水物を加え、メスフラスコで 200 ml の NiCl_2 水溶液(0.2 M)を調整した。マントルヒーターで加熱して 5 時間の還流を行った。還流後、溶液中に生成した白色沈殿物を分離し、蒸留水で洗浄を繰り返した。ろ過によって試料を回収し、透過型電子顕微鏡(TEM)、X 線回折(XRD)、X 線光電子分光 (XPS)、フーリエ変換赤外分光 (FT-IR) により評価を行った。

【結果および考察】

Fig. 1 に示す TEM 像より、得られた沈殿物は大きさが約 50–500 nm の薄いシート状の構造体であることがわかった。電子線回折図形では明瞭なデバイリングが観察され、高い結晶性であることが示唆された。XPS スペクトルは生成物が $\text{Ni}(\text{OH})_2$ であると同定でき、これは FT-IR スペクトルからも裏付けられた。Fig. 2 に示す XRD パターンにおいて $\alpha\text{-Ni}(\text{OH})_2$ が含まれていることがわかった。一方、 $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$ と同定されるピークにおいては既知の格子定数からの計算値より小さい回折角を示していた。 $a = 0.315$ nm, $c = 0.539$ nm の六方晶系として指数付けされ、通常の $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$ より c 軸方向に層間距離広がった構造を持つと考えられる。

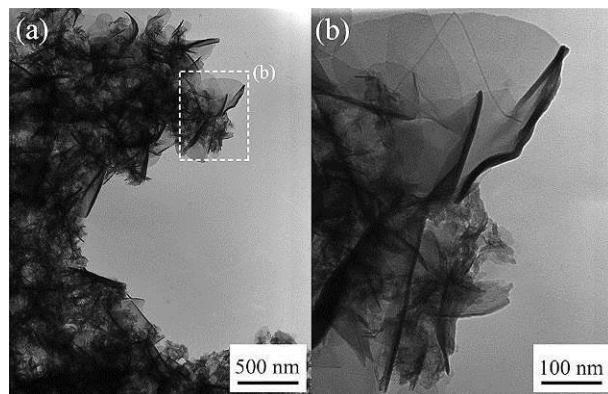


Fig. 1 TEM images of $\text{Ni}(\text{OH})_2$ nanosheets. An encircled area in (a) is magnified in (b).

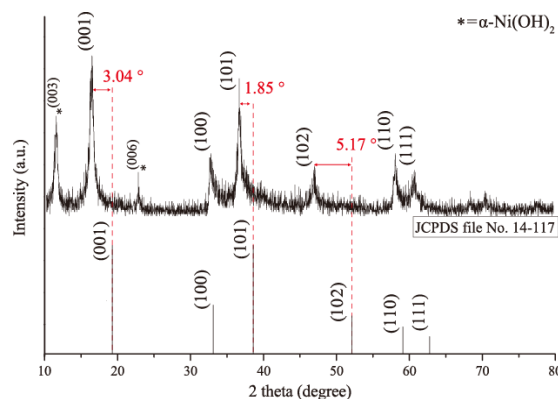


Fig. 2 XRD pattern of $\text{Ni}(\text{OH})_2$ nanosheets obtained by this process.