

## 低温プラズマによる黒鉛粉体のフッ化処理

### The Surface Modification of Graphite Powders

#### by Low-Temperature Plasma Fluorination

○安達 穰、松本 将大、登尾 一幸、田口 貢士 (株式会社魁半導体)

○Yutaka Adachi, Masahiro Matsumoto, Kazuyuki Noborio, Kohshi Taguchi

(Sakigake-Semiconductor Co., Ltd.)

E-mail: y.adachi@sakigakes.co.jp

リチウム電池の原料としてフッ化処理を施した黒鉛が用いられているが、一般に、このフッ化処理は常温-600℃のフッ素ガス雰囲気下で行われる。本実験の目的は、プラズマによる低温での黒鉛フッ化処理手法の開発である。

現在、原料粉体に対して低温プラズマを効率的に照射する方法は存在しない。本研究では、低温プラズマを粉体に対して効率的に照射するために、処理槽内に回転式の攪拌機構を設けること<sup>1)</sup>により課題の解決を図った。

今回は黒鉛へのフッ化処理とその評価を行った。試料には平均粒径 25 $\mu\text{m}$  の鱗状黒鉛 (伊藤黒鉛工業製、製品名 SRP-150) を使用した。

回転式真空プラズマ装置 (魁半導体製、製品名 YHS-D $\Phi$ S) の処理槽に、フッ素ガスではなく汎用的な  $\text{CF}_4$  ガスを流量 2.6L/min で導入し、処理槽の圧力 100Pa、パワー300W (13.56MHz)、処理時間を 10min, 20min, 30min として処理を行った。

フィルム上に押し固めた試料に対する接触角測定の結果、図 1 で示す様に処理後の試料全てにおいて撥水性の向上が確認された。また、オージェ電子分光分析による評価では、未処理では確認されなかったフッ素が処理後の全ての試料から検出された。

図 1 に示される通り、接触角は処理時間 10min の時点で、F/C 値は処理時間 20min の時点でほぼ飽和しており、フッ素の修飾が飽和していない状態でも接触角が飽和することが読み取れる。また、フッ化黒鉛の表面エネルギーは C-F 結合の状態に依存し、共有結合の場合は撥水性、イオン結合の場合は親水性を示すとされている。<sup>2)</sup>そのため、本実験で得られたフッ化黒鉛には共有結合の C-F 結合が含まれていたと推測される。

本研究により低温プラズマによる炭素粉体のフッ化処理の可能性が示唆された。一般に、フッ素ガスによる処理で黒鉛を撥水化させる場合、約 300℃以上で加熱する必要があるが、今回の処理手法により低温化が実現出来る。詳細については当日の発表の際に議論する。

1) 安達 穰, その他 「プラズマ処理による粉体の低温還元処理」 (関西薄膜・表面物理セミナー) 2015

2) 鄭 容室, その他 「直接フッ素化処理による黒鉛粉体の表面改質 (II)」 『日本化学会誌』 7, 1994, pp605-612

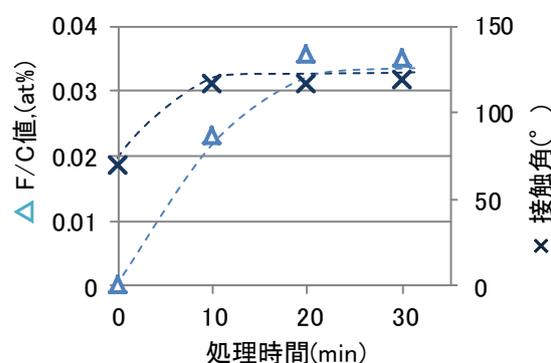


図 1 黒鉛表面の接触角、F/C 値処理時間の関係と処理時間の関係