

アルミナ前駆体水溶液を用いた液中プラズマによるアルミナの合成

(岐阜大・工) ○今枝佑太・吉田道之・大矢 豊・櫻田 修
(岐阜県セラミックス研究所) 尾畑成造

【緒言】 溶液中で生成する液中プラズマは、主に金属の溶接・切断等の加工技術に利用されている。このプラズマは熱平衡プラズマのアーク放電であり、6000 K 以上の高温となる。これに対して近年、低温非平衡プラズマであるグロー放電を用いた新規材料合成プロセスが注目されている[1]。本研究室では水酸化アルミニウム($\text{Al}(\text{OH})_3$)にギ酸を添加して溶解することで無色透明なアルミナ前駆体水溶液が得られることを報告した[2]。本研究ではこのアルミナ前駆体水溶液を用いて溶液中でプラズマ処理を行ないアルミナ粒子の合成について検討を行った。

【実験】 $\text{Al}(\text{OH})_3$ に対して重量比で 6 倍量の純水を加え、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ を溶解するために添加するギ酸のモル比をアルミニウムに対して 1.5~3 倍と変化させた複数のアルミナ前駆体水溶液を既報にしたがって調製した[2]。これらのアルミナ前駆体水溶液を、アルミニウム濃度 1.0 M に調整して液中プラズマ処理を行なった。この時、恒温水循環装置を用いて液中プラズマ処理中の溶液温度を一定(25°C)にした。プラズマ処理後、生成物を遠心分離、洗浄、乾燥し、粉末 X 線回折法 (XRD) で結晶相の同定及び、透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察を行った。

【結果と考察】 ギ酸を 1.5 倍量添加して調製したアルミナ前駆体水溶液は白濁しており、ギ酸を 2、3 倍量添加して調製したアルミナ前駆体水溶液はどちらも見た目は透明であった。アルミニウムに対してギ酸を 2 倍量添加して調製したアルミナ前駆体水溶液の乾燥粉末と、ギ酸を種々量添加して調製したアルミナ前駆体水溶液に液中プラズマ処理を行って得られた生成物の XRD 測定結果を Fig. 1 に示す。Fig. 1 より、ギ酸を 1.5 倍量添加して調製した前駆体水溶液からは $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ のピークのみが、ギ酸を 2、3 倍量添加して調製した前駆体水溶液からはどちらも $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ のピークに加えて $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ のピークが認められた。この結果から、ギ酸をアルミニウムに対して 2 倍量以上添加して合成したアルミナ前駆体水溶液から $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ が生成することがわかった。ギ酸を 2 倍量添加して調製したアルミナ前駆体水溶液から得られた合成物の TEM 像を Fig. 2 に示す。Fig. 2 から粒径が約 10 nm の結晶粒子が観察された。

【参考文献】

[1] 高井 治, 粉砕, **51**, 30-36 (2008).

[2] 大山紘史, 他, 日本セラミックス協会第 24 回秋季シンポジウム, 1B18 (2011)

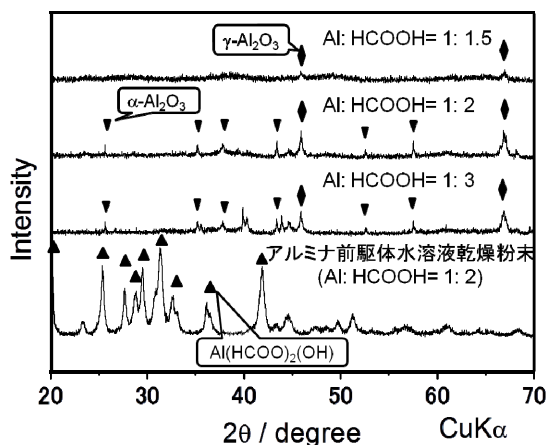


Fig.1 XRD patterns of synthesized powders.

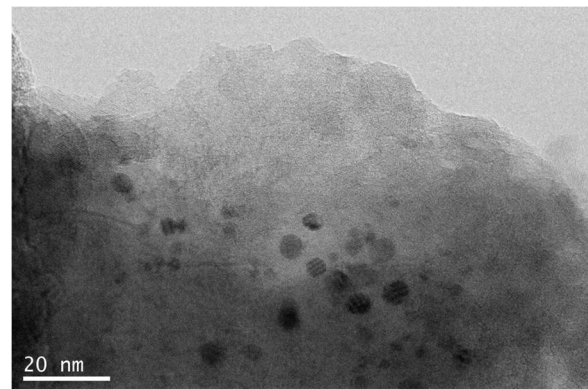


Fig.2 TEM images of the synthesized powders.