

異なる乾燥方法で得たアルミナ前駆体粉末のコランダムへの相転移挙動

(岐阜大¹、名工大²、JFCC³、岐阜県セラ研⁴)○加藤 雄太¹・吉田 道之¹・
井田 隆²・田中 誠³・北岡 諭³・尾畑 成造⁴・櫻田 修¹

【諸言】 α - Al_2O_3 は耐熱性・耐食性・硬度等に優れた特性を持つ。一般に、ペーマイトなどのアルミナ水酸化物から α - Al_2O_3 粉末を合成するには1200°C以上で熱処理することが必要であるため、より低温で α - Al_2O_3 を合成する方法の開発が望まれる。本研究では、水酸化アルミニウム($\text{Al}(\text{OH})_3$)とギ酸を用いたアルミナ前駆体水溶液(以下: AlFo_3)の調製方法とそれを用いた α - Al_2O_3 の低温合成法について検討を行ってきた。本研究では AlFo_3 を2種類の異なる乾燥方法を用いて乾燥し、乾燥方法が α - Al_2O_3 の生成条件と粒子形態に与える影響について検討した。

【実験】 $\text{Al}(\text{OH})_3$ とギ酸をモル比1:3で混合、攪拌して AlFo_3 を調製した。 AlFo_3 を150°C恒温乾燥器中に24時間静置して乾燥し得た粉末(CDAI Fo_3)と、液体窒素を用いて予備凍結した後真空中で乾燥し得た粉末(FDAI Fo_3)をそれぞれ1000°Cで24時間熱処理を行い、アルミナ粉末を得た。作製した2種類の前駆体乾燥粉末と、それらを熱処理して得たアルミナ粉末のXRD測定・SEM観察を行った。また、高温での結晶相遷移を検討するためにCDAI Fo_3 とFDAI Fo_3 について900~1000°Cでの各温度における結晶相の時間変化を高温XRD装置によって測定した。

【結果と考察】 XRD測定の結果より、CDAI Fo_3 とFDAI Fo_3 の主相はそれぞれ水酸化ギ酸アルミニウム($\text{Al}(\text{HCOO})_2(\text{OH})$)とギ酸アルミニウム($\text{Al}(\text{HCOO})_3$)であった。一方、CDAI Fo_3 とFDAI Fo_3 をそれぞれ1000°C、24時間熱処理して得た粉末はどちらも α - Al_2O_3 単相となった。熱処理前のCDAI Fo_3 (Fig. 1(a))はおよそ数 μm 程度のロッド状粒子が凝集した形状であった。熱処理後のCDAI Fo_3 (Fig. 1(b))も熱処理前と同様の形状であったが、その粒子径は1 μm 程度と小さい。熱処理前のFDAI Fo_3 (Fig. 1(c))はCDAI Fo_3 とは異なり、1 μm 程度の球状粒子が連なったような形状となっていた。熱処理後のFDAI Fo_3 (Fig. 1(d))では熱処理前に見られた球状粒子中にサブミクロンスケールの粒子が生成し、多孔質な形状となっていた。これらより、乾燥方法によって熱処理前後の粒子形態が異なり、熱処理による収縮の程度も異なることが分かった。Fig. 2に高温XRD測定の結果から作成したCDAI Fo_3 、FDAI Fo_3 のT-T-T(Time-Temperature-Transformation)曲線を示す。CDAI Fo_3 (Fig. 2(a))とFDAI Fo_3 (Fig. 2(b))のT-T-T曲線が異なることより、 AlFo_3 は乾燥方法によって高温での α - Al_2O_3 生成・成長機構が変化すると考えられる。

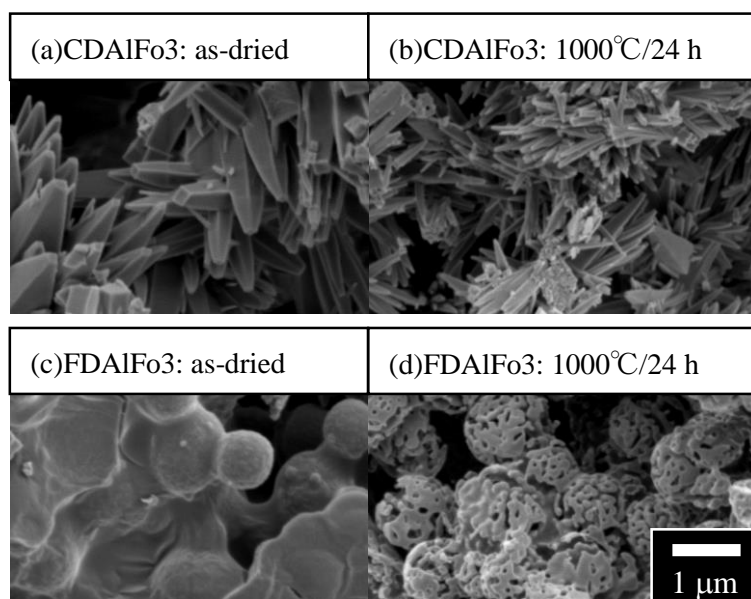


Fig. 1 SEM images of CDAI Fo_3 and FDAI Fo_3 : (a) as-dried CDAI Fo_3 , (b) CDAI Fo_3 calcined at 1000°C for 24 h, (c) as-dried FDAI Fo_3 , (d) FDAI Fo_3 calcined at 1000°C for 24 h

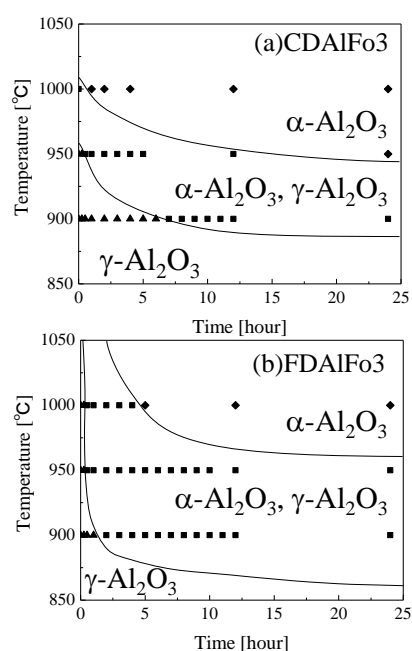


Fig. 2 T-T-T curves of samples: (a)CDAI Fo_3 , (b)FDAI Fo_3