

ZnAl₂O₄ ナノ粒子の 2 液プリカーサーからの水熱合成

Hydrothermal synthesis of ZnAl₂O₄ nanoparticles from two liquid precursors

東京電機大理工¹, 物材機構²

○石井 聡¹, 古澤 崇哉¹, 中根 茂行²

¹Dept. of Physics, Tokyo Denki Univ., ²NIMS

○S. Ishii¹, T. Furusawa¹, T. Nakane²

E-mail: s.ishii@mail.dendai.ac.jp

【はじめに】 ZnAl₂O₄ は紫外光源の候補物質であると共に触媒機能も有することから、その技術応用に向けて水熱法によるナノ粒子の低温合成が積極的に研究されている。従来の水熱合成では、プリカーサーとして Zn と Al を含む 1 種類の原料溶液が用いられてきた[1]。これに対し本研究では、より精密な組成制御を期して、Zn と Al のプリカーサーをそれぞれ調整・混合する手法による水熱合成を試みた。本発表では、原料溶液の pH と水熱合成で得られる ZnAl₂O₄ ナノ粒子の特徴について報告する。

【実験と結果】 ①Zn(NO₃)₂・6H₂O (0.033 M) と NaOH (0.1 M) の混合水溶液と、②Al(NO₃)₃・9H₂O (0.066 M) と NaOH (0.2 M) の混合水溶液の 2 種類の原料溶液を作製し、それぞれの攪拌を 0, 1, 2, 4, 6, 8, 12 時間行った。続いて、攪拌時間が同じ①と②の原料溶液を混合し、さらに 2 時間攪拌した後、沈殿物を抽出・乾燥させてプリカーサーとした。この後、水に溶解させたプリカーサーを圧力容器に封入し、200 °C、10 MPa で 10 時間加熱して ZnAl₂O₄ ナノ粒子を水熱合成した。作製したナノ粒子の XRD を調べたところ、図 1 に示すように、1 回目の攪拌時間が 0 時間と 12 時間の試料では ZnAl₂O₄ の他に ZnO が析出していた。そして、図 2 に示すように、ZnAl₂O₄ の単一相が得られた 1 回目の攪拌時間が 1～8 時間の試料では、2 回目の攪拌後の pH が 11 以下であったことを確認した。このことから、試料合成前の溶液の pH が ZnAl₂O₄ ナノ粒子には極めて重要で、その境界が pH 11 付近であることが判った。

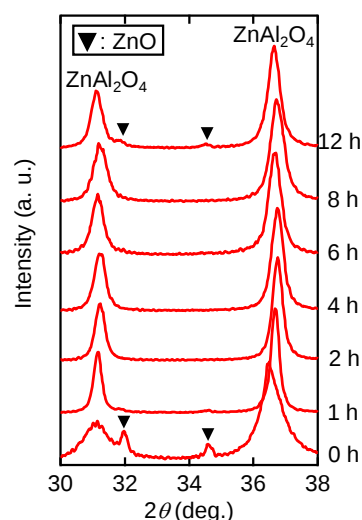


Fig. 1 XRD patterns of ZnAl₂O₄ nanoparticles synthesized from precursors with initial stirring times of 0 through 12 hours. The peaks were assigned to (▼) ZnO.

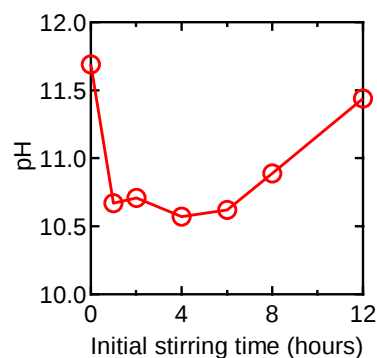


Fig. 2 Initial stirring time dependence of the pH of basic solutions after final stirrings.

[1] Z. Chen *et al.*, J. Am. Ceram. Soc., **88**, 127 (2005).