

金属 EDTA 錯体を用いた金属酸化物中空粒子の形態

Morphology of Hollow Metal Oxide Particles Synthesized

with Metal EDTA Complex

○齊藤 篤弘¹、中村 淳^{2,1}、小松 啓志¹、齋藤 秀俊¹ (1.長岡技科大, 2.中部キレスト)

°Atsuhiko Saito¹, Atsushi Nakamura^{2,1}, Keiji Komatsu¹, Hidetoshi Saitoh¹

(1.Nagaoka Univ. Tech. 2.Chubu Chelest Co., Ltd.)

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】太陽光による温度上昇を防ぐ建物躯体用の塗料には断熱塗料と遮熱塗料がある。遮熱(日射反射)塗料の大半はセラミックス系塗料である。セラミックス系塗料の大半は中空粒子系であり、約 60%の空気層を持つ多孔質セラミックスを指す。中空粒子の遮蔽能力は主に粒径に依存する¹⁾。シェル構造の中空粒子を仮定すると、マイクロサイズの中空粒子では内包される空気は連続体としてふるまう。一方、マイクロサイズ以下の中空粒子では、確率的に擬似的な真空状態が実現できる可能性がある。本研究では金属エチレンジアミン四酢酸(EDTA)錯体を用いたスプレードライ混合法を提案した²⁾。スプレードライ混合法は、金属 EDTA 錯体水溶液をスプレードライヤーにより瞬時に乾燥させ金属 EDTA 錯体粒子を得る方法である。金属 EDTA 錯体粉末を加熱分解すると、粒径数 μm ～数十 μm の酸化物中空粒子が得られる。スプレードライ混合法で得られる中空粒子の粒径の制御により、優れた遮熱性能あるいは断熱性能の発現が期待できる。本研究では、スプレードライ混合法により作製した (Y,Eu)-EDTA 錯体粉末を異なる温度で熱分解させ、得られた粉末の結晶構造、形態、粒径を調査した。

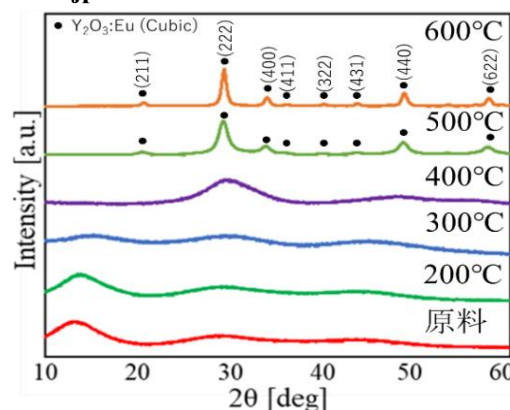


Fig.1. XRD profiles for obtained samples at several treated temperatures.

【実験方法】スプレードライにより作製された(Y,Eu)-EDTA 粉末 ([Y]:[Eu] = 92:8)を原料とした。原料の熱的変化を熱重量示差熱分析装置(TG-DTA)を用いて評価した。評価のための条件は昇温速度 5.0°C/min、最大温度 900°Cである。電気炉を用いて、200、300、400、500、600 °Cの各温度まで加熱し、各温度で 4h 焼成を行った。各試料の結晶構造を X 線回折(XRD)法、粒子の表面形態を走査電子顕微鏡(SEM)法で調査した。また、SEM 画像から平均粒径を算出した。

【結果と考察】(Y,Eu)-EDTA 粉末の TG 曲線より、313.6 °C付近で EDTA の熱分解³⁾、470.6 °C付近で $\text{Y}_2\text{O}(\text{CO}_3)_2$ の熱分解⁴⁾と考えられる大きな重量減少が確認された。Figure 1 に各試料の XRD プロファイルを示す。600°C、500°Cで焼成した試料では $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}$ 立方晶に帰属できる明瞭なピークが確認され、400°C以下で焼成した試料では $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}$ のピークが確認されなかった。表面 SEM 画像から、粒径数百 nm～数 μm の粒子が確認された。算出された平均粒子径は、焼成温度の上昇に伴い、減少する傾向が見られた。 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Eu}$ の結晶化の始まる 300°C～500°C間において、著しい粒径の減少が生じたと考えられる。

1)藤正督、高井千加、ネットワークポリマー、**35** (2014) 84-89.

2) A. Nakamura et al., J. Ceram. Soc. of Japan., **111** (2003) 142-146.

3) C.-N. Wang et al., Spectrochimica Acta Part A **75** (2010) 8-13.

4) Z. Yongqiang et al., Materials Letters **57** (2003) 2901-2906.