

SiO₂ ガラス粒子と EDTA・M(M = Er, Ni, Cu, Al, Y)錯体水溶液由来の 酸化物からなるセラミックス複合体

Ceramic Composites of SiO₂ Particles and Oxide from

EDTA・M (M = Er, Ni, Cu, Al, Y) Complex Aqueous Solution

長岡技科大¹, 中部キレスト² °齊藤 篤弘¹, 中村 淳^{2,1}, 小松 啓志¹, 齋藤 秀俊¹

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

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

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】我々は Er³⁺をキレートしたエチレンジアミン四酢酸(EDTA)錯体水溶液中に Y₂O₃:Eu 粒子を分散させたスラリーをスピコート法により塗布、焼成し局所的に Y₂O₃:Eu 粒子間を Er₂O₃ 繊維で接続した酸化物納豆型構造体を得た¹⁾。納豆型構造体が添加粒子の材料や水溶液中の EDTA にキレートする金属に依存せず形成できれば、基材上への触媒粉末の固定化技術などへの応用が期待できると考えた。Si 基板上に異なる金属イオンをキレートした EDTA 錯体水溶液中に SiO₂ ガラス粉末を分散させたスラリーをスピコートにより塗布、焼成し得られた堆積物の形態、組成を調査した。

【実験方法】各 15 wt% EDTA・M・NH₄ (M = Er, Ni, Cu, Al, Y) 水溶液中に SiO₂ ガラス粉末(SO-C4:アドマテックス製)をそれぞれ 33 wt% となるように分散させスラリーを作製した。スピコーター(ACT-300D II : アクティブ製)を用いて回転速度を 1000 rpm とし、回転中にスラリーを Si(100)単結晶基板(50×50×1 mm³)上に 1 滴ずつ 0.3 ml (10 滴)滴下することで、スラリーを基板上に拡散させて塗布した。スラリーを塗布した後、直ちに電気炉を用いて大気雰囲気下で 600℃まで加熱して 4 h 焼成を行い、焼成後室温まで自然冷却し試料を作製した。各試料の表面形態を走査電子顕微鏡(SEM)法、堆積物の含有元素をエネルギー分散型 X 線分光(EDS)法の点分析により評価した。

【結果と考察】Figure 1 に各種 EDTA・M・NH₄ (M = Er, Ni, Cu, Al, Y) 錯体水溶液を用いたスラリーで作製した試料の表面 SEM 像を示す。(a)では酸化物納豆型構造体、(b)、(c)では粗大粒子の周りに微粒子が連なった構造、(d)、(e)では粗大粒子を一部包埋する構造がそれぞれ確認された。EDS 点分析結果から(a)で見られた繊維部分には Er、(b)、(c)で見られた粗大粒子付近の微粒子には Ni、Cu、(c)で見られた包埋物には Al、Y の元素カウントがそれぞれ比較的強く検出された。本手法で得られたセラミックス複合体の形態は、添加粒子に Y₂O₃:Eu 粒子を用いた以前の報告と類似していたことから、添加粒子の材料よりも EDTA にキレートする金属種の影響が大きいと考えられる。

1) 齊藤 篤弘, 中村 淳, 小松 啓志, 齋藤 秀俊, 第 66 回応用物理学会春季学術講演会 10a-S423-9 (2019)

2) 齊藤 篤弘, 中村 淳, 小松 啓志, 齋藤 秀俊, 第 80 回応用物理学会秋季学術講演会 19a-E318-3 (2019)

【謝辞】本研究は JSPS 科研費 JP18K04696 「酸化物納豆型構造触媒の創製」の助成を受けたものです。

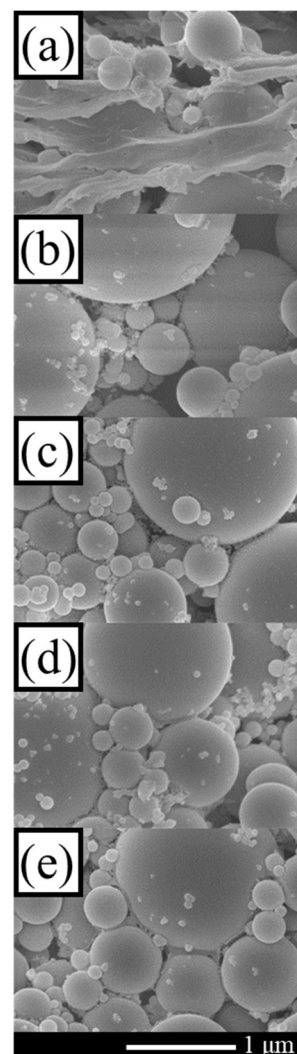


Fig.1. Surface SEM images of obtained samples using slurry composed of SiO₂ glass particles in EDTA・M (M = Er, Ni, Cu, Al, Y) complex aqueous solution, (a) Er, (b) Ni, (c) Cu, (d) Al, (e) Y.