

## Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子の一段階ソルボサーマル合成

(東北大多元研<sup>1</sup>・仙台高専<sup>2</sup>) ○金澤 佑月<sup>1</sup>・松原 正樹<sup>1,2</sup>・村松 淳司<sup>1</sup>・蟹江 澄志<sup>1</sup>  
 Facile one-pot solvothermal synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles (<sup>1</sup>IMRAM, Tohoku University,  
<sup>2</sup>National Institute of Technology, Sendai College) ○Yuzuki Kanazawa,<sup>1</sup> Masaki Matsubara,<sup>1,2</sup>  
 Atsushi Muramatsu,<sup>1</sup> Kiyoshi Kanie<sup>1</sup>

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> shows excellent mechanical properties, high thermal and chemical stabilities, so that they are expected to be applied to abrasives, separation membranes, and ceramic raw materials. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are produced by calcination of Al hydroxide or oxyhydroxide at extremely high temperature above 1000 °C. However, it is difficult to obtain nano-sized particles with controlled morphology and particle size due to inevitable agglomeration and grain growth during calcination. In this study, monodispersed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles have been synthesized by a solvothermal method in a single step at relatively low temperature. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles were synthesized from aluminum acetylacetonate in oleylamine by heating at 250 °C for 6 days. Here, effects of reaction time and temperature on product crystal phase were also investigated. XRD measurements and TEM observations revealed that single phase of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles with a size of 4 nm was obtained in the condition of 250 °C for 6 days, while boehmite phase as a by-product was observed with low reaction temperature or short reaction time.

**Keywords :** Nanoparticles; Aluminum oxide; Solvothermal synthesis; Low temperature synthesis

アルミナ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) は、優れた機械的特性、高い熱的および化学的安定性を示し、研磨剤、分離膜、セラミックス原料などへの応用が期待される材料である。その Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粒子は Al 水酸化物や酸化水酸化物を 1000 °C 以上の高温で焼成することにより得られるが、焼成時の凝集や粒成長が避けられないため、形態・粒径の制御されたナノサイズの粒子を得ることは難しい。一方で、単分散なナノ粒子を得る手法の 1 つにソルボサーマル法が挙げられる。ソルボサーマル法では、温度や溶質濃度などの反応条件を最適化することで組成や粒径、形態が制御された粒子が得られる。そこで、本研究ではソルボサーマル法により、比較的低温かつ一段階で単分散 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子の合成を目指した。Al 源としてアルミニウムアセチルアセトナートをオレイルアミンに溶解させ、オートクレーブ中で 250 °C、6 日間加熱することで Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子を得た。この際、反応温度と時間をそれぞれ変化させ、組成に与える影響を調べた。Figure 1 に XRD パターンを示す。いずれの条件でも  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が生成したが、反応時間の減少もしくは反応温度の低下によりベーマイト相のピーク強度が強くなった。さらに、Figure 2 の TEM 像より、250 °C、6 日間の熱処理により平均粒径が約 4 nm と非常に微細な Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子が得られた。

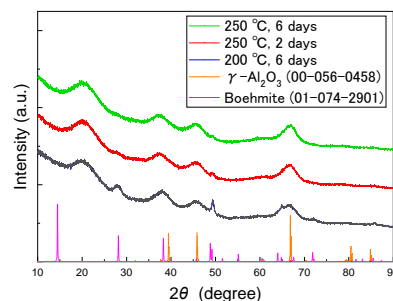


Figure 1 各条件における生成物の XRD パターン。

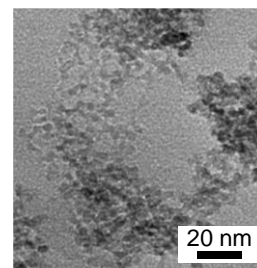


Figure 2  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ナノ粒子 (250 °C, 6 days) の TEM 像。