

ポリヒドロキシ Al-EDTA 複合ゲルからの α アルミナの低温生成に及ぼすシーディングと AlF_3 の効果

(信州大院総合理工¹・信州大工²) ○稲野寛太¹・山口朋浩²・樽田誠一²

Effects of seeding and aluminum fluoride on low-temperature formation of α -alumina from polyhydroxoaluminum-EDTA composite gels (¹Grad. Sch. Sci. Technol., Shinshu Univ. · ²Fac. Eng., Shinshu Univ.) ○Kanta Inano¹, Tomohiro Yamaguchi², Seiichi Taruta²

Calcination of polyhydroxoaluminum (PHA) complex gels containing ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) leads to the low-temperature formation of α -alumina at around 500°C. In this work, effects of the addition of α -alumina as a seed and aluminum fluoride as a mineralizer to PHA-EDTA composite gels on the phase transformation behavior of alumina were investigated. The PHA-EDTA composite gel containing 1 wt% of seeds and 3 wt% of aluminum fluoride yielded a single-phase α -alumina after the calcination at 700°C.

Keywords: Polyhydroxoaluminum complex, Sol-gel, Low-temperature phase transformation, Seeding, Aluminum fluoride

【緒言】 α アルミナ(コランダム)は Al_2O_3 の熱力学的安定相であり、遷移アルミナ相から α アルミナへの転移は通常 1100~1200°C で生じる。当研究室では、EDTA を添加したポリヒドロキシ Al(PHA)複合ゲルから、500°C 付近の低温域で α アルミナが析出し始めることを見出した。本研究では EDTA とともに、シードとしての α アルミナおよび鉱化剤としての AlF_3 を共添加して作製した PHA 複合ゲルからの低温 α 化挙動を調査した。

【実験方法】 出発原料の PHA 水溶液(Al_2O_3 換算濃度=23.1 wt%, $\text{OH}/\text{Al}=2.51$)に、1.6 mol% の EDTA · 2 NH_4 、0~10 wt% の α アルミナシード及び 0~5 wt% の AlF_3 を添加・攪拌し、60°C で 24 h 保持して PHA 複合ゲルを作製した。この複合ゲルを 600~1000°C で 3 h 仮焼してアルミナ試料を作製した。 α アルミナの析出挙動を XRD により調べ、回折線積分強度比から α 化率を求めた。また、SEM により析出粒子の形態を観察した。

【結果と考察】 シードを 1 wt% 添加した PHA-EDTA-seed 複合ゲルから得られた試料ではシードを添加していない PHA-EDTA 複合ゲルからの試料と比較して、600~1000°C の温度域で α 化率が増加した。よって、シードとしての α アルミナの添加は、低温 α 化を促す効果があると判断される。また、シードを 0.5~10 wt% の範囲で添加して得られたアルミナ試料を SEM 観察したところ、添加量が 1 wt% のときに最も凝集が少なく一様な形態の α アルミナ粒子が析出することがわかった。EDTA とシードとともに 3 wt% の AlF_3 を添加して作製した PHA-EDTA-seed- AlF_3 複合ゲルについて、 AlF_3 を水溶液として添加して作製した複合ゲルは 950°C 程度の仮焼で単一相の α アルミナに変化したのに対し、 AlF_3 を粉末として添加して作製した複合ゲルは 700°C の仮焼で単一相の α アルミナに変化した。これらの結果から、シーディングや AlF_3 の添加は低温 α 化に対して有効であり、 AlF_3 の添加方法が α 化挙動に影響を及ぼすことが示された。