

マイクロ波化学法を用いた無機微粒子材料の迅速合成

高温高圧流体技術研究所
近 田 司

1. 緒 言

ナノテクノロジーに関する我が国の科学技術レベルを欧米と比較すると、半導体やナノコンポジット関係では優位にあるものの、他の全てで遅れをとっており、特に微粒子の合成、分散、安定化およびコーティング等の基幹技術での劣位が顕著である。一方、近年、従来の水熱反応をマイクロ波照射下で行う「マイクロ波化学法」を用いた無機材料の合成が試みられ、温和な反応条件下で目的物質が得られることが報告されている¹⁻⁴⁾。そこで、本研究ではこのマイクロ波化学法を用いて各種無機微粒子材料の合成を試み、その効果の定量あるいは適用の限界に関して検討を行った。

2. 実 験

2. 1 原料及び、実験装置

合成実験に使用したFeやZn等の水溶性金属化合物、塩基あるいは有機溶剤は、すべて試薬特級をそのまま用いた。また、水としては脱イオン水を使用した。一方、マイクロ波加熱装置としては、Milestone社製ETHOS-1600あるいはultraCLAVEを用いた。また、サンプルの二次焼成には、ヤマト科学製FO200マッフル炉を用いた。

2. 2 操作手順

所定量の試薬を混合した原料をTFM製反応器に充填し、2450MHzのマイクロ波照射下約10℃/minで所定温度まで昇温し、この温度で所定時間保持した。反応後、反応物を空冷して常温まで冷却した後、MILLIPORE製孔径0.45μmの定性濾紙を用いた減圧濾過、あるいは丸型磁石を用いた磁気分離により固形生成物を分離、洗浄回収した。回収後の生成物は60℃で真空乾燥した後、XRD、SEMあるいはTEM等の各種分析を行った。



図1 磁石に吸い付く流体フェライト

3. 結果

3. 1 流体フェライトの創出

マイクロ波化学法において、水/油混合物からなる特別の溶媒系を設計することにより、視認不能のフェライト超微粒子が有機溶媒中に均一安定分散した流体フェライト(図1)を、一段で合成する方法を新たに開発した。また、この生成反応機構について考察し、Niフェライトのような立方晶系とBaフェライトのような六方晶系の結晶構造を有するフェライトとでは、その生成メカニズムが異なることを明らかにした。

3. 2 ZnO粒子の形態制御

ZnO合成反応において、反応温度、時間を一定とした場合においても、原料の混合、調製条件を変更することにより、図2に示すように生成ZnO粒子の形状は種々変化した。現時点ではこの現象を体系化することは出来ていないが、反応条件の簡単な操作により、生成物の形態を任意に制御できる可能性が示された。

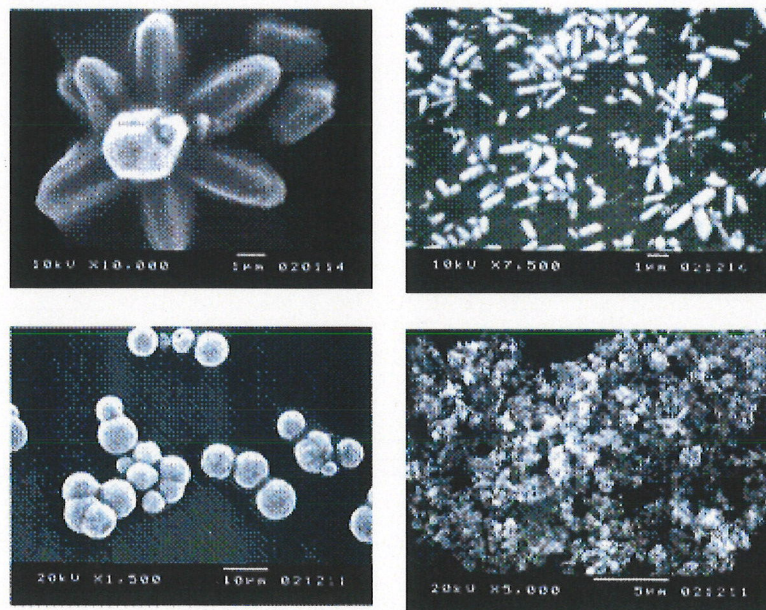


図2 ZnO粒子の各種形状

3. 3 反応プロセスの簡略化

従来、多段階の複雑な工程を経て合成、製造されている各種の無機材料を、マイクロ波化学法によって迅速、簡便に製造する方法について検討を行い、大幅な工程省略が達成できることを明らかにした。

[参考文献]

- 1) S.Komarneni,R.Roy and Q.-H.Li,Mat.Res.Bull.,**27**,1393(1992)
- 2) D.Dong,P.Hong and S.Dai,*ibid*,**30**,531(1995)
- 3) J.-H.Lee,C.-K.Kim,S.Katoh and R.Murakami,J.Alloys and Compounds,**325**,276(2001)
- 4) S.Yanagida and Y.Wada,Proceedings of International Symposium on Microwave Science and Its Application to Related Fields (Nara),p.90(2002)