

課題番号 : F-20-IT-0014
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 低環境負荷プロセスで作製したセラミックス材料のマイクロ構造観察
 Program Title (English) : Microstructure Observations of Ceramic Materials Fabricated by Solution Processes with Low Environmental Load
 利用者名(日本語) : 植村通彦、永井 俊、藤井勇輔、久保田雄太、松下伸広
 Username (English) : Michihiko Uemura、Shun Nagai、Yusuke Fujii、Yuta Kubota、Nobuhiro Matsushita
 所属名(日本語) : 東京工業大学物質理工学院材料系
 Affiliation (English) : Department of Material Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology
 キーワード/Keyword : 成膜・膜堆積、形状・形態観察、ナノシート
 Film deposition、Structure and morphology observation、Nano-sheet

1. 概要(Summary)

本年度は1)鉄系酸化物、2)CeO₂ ナノシート、3)ベーマイト(γ -AlOOH)の3試料において各作製パラメータが微細構造に与える影響をSEM像で観察した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

走査型電子顕微鏡

【実験方法】

1)の鉄系酸化物試料は炭素繊維基板上に前駆体となるフェリハイドライトナノ構造体を堆積した上で溶解再析出法により前駆体構造を維持した状態での相変化により得た。2)のCeO₂ナノシート試料はCeイオン水溶液の気液界面にステアリン酸の単分子膜を形成後にガラス容器に密閉後60-80°Cに加熱して反応させて気液界面の析出物を得た。3)のベーマイト試料は水熱法による粒子の形態制御を行いながら、ゼータ電位・等電点と粒子の各析出結晶面面積比の関係性を導いた。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig.1 に前駆体のフェリハイドライトナノ構造体をpH11、Fe²⁺とFe³⁺のイオン濃度比が1:1、Fe³⁺のイオン濃度が0.42 Mの溶液の中に入れた密閉容器を60°Cで3日間保持した試料のSEM像を示す。ナノ構造を維持したままフェリハイドライトからFe₃O₄への相変化が可能となった。

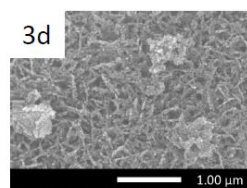


Fig.1 Surface SEM image of Fe₃O₄ nanostructures fabricated utilizing ferrihydrite nanomaterial.

ラングミュア界面を用いて、pH4の条件により核生成と核成長、粒子同士の自己組織化を促進して形成したナノシートを大気中400°Cで熱処理して作製した厚さ1.3 nm、幅870 nmの多結晶ナノシートが得られた。

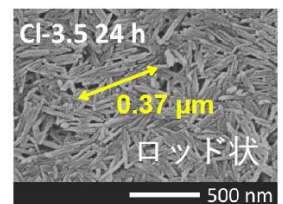


Fig.2 SEM image of rod like Boehmite crystals.

水熱法によって得られたベーマイトの粒子の形態は特にpHによる形態の変化は顕著で、反応溶液が酸性から中性条件であるとロッド状となった。Fig.2にはpH3.5で偉られたロッド状ベーマイト結晶子を示す。

4. その他・特記事項(Others)

なし

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) 植村通彦 (2021), “スーパーキャパシタ用負極活物質への応用に向けたフェリハイドライト前駆体からの鉄系酸化物合成”, 修士論文, 東京工業大学, 総ページ数 51..
- (2) 永井 俊 (2021), “ラングミュア膜界面をテンプレートとした酸化セリウムナノシート合成プロセスの開拓”, 修士論文, 東京工業大学, 総ページ数 71.
- (3) 藤井勇輔 (2021), “低結晶性ベーマイトナノ粒子の析出結晶面分析に向けたゼータ電位の形態依存性評価”, 修士論文, 東京工業大学, 総ページ数49.

6. 関連特許(Patent)

なし