

K304

超臨界水アニールによる
金属微粉のノンアグロメレーション高結晶化

(名大)○(学)小川 宗晃・(正)出口 清一・(学)武市 敏典・嶋崎 翔士

1. 緒言

均一沈殿法など液相法は常温・常圧と易操作性の一方で、生成微粉は一般に結晶性が低く、高結晶化にアニール処理を要す。単純熱アニールでは容易にアグロメレーションが起り、焼結粗大粒子が形成される。そこで本研究では、高密度熱流場である超臨界水を金属微粉アニールへと適用した。さらに、アグロメレーション抑制の能動的な手法として金属微粉間への第3成分存在を考案し、これに対する添加金属塩(NaCl)の水への溶解度変遷(超臨界水に難溶)の適性を検討した。

2. 実験方法

対象金属微粉として、積層コンデンサー電極として期待されるNi微粉(平均径 $1\mu\text{m}$ ・株昭栄化学工業製)を選定した。先ずFig. 1のSUS円筒管にNi微粉(1.0g)を入れ、アニール条件に応じて水(3.0ml)およびNaCl(1.0g)を加えた後に密閉する。次に試験SUS管を超音波洗浄器へ所定時間投入し、超音波印加する。電気炉にて $6.0\text{K}/\text{min}$ で所定温度まで昇温させ、1.0hr保持した後に常温まで自然放冷する。なお本稿では、紙面の制限上 660K の結果のみを示す。

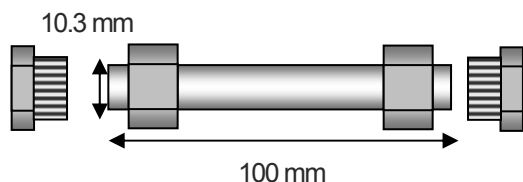


Fig. 1 Experimental apparatus

3. 実験結果及び考察

NiのX線回折は、 44.5° にて最大値が得られる。Fig. 2に、回折角 44.5° でのXRDピーク強度と、半値幅から計算される結晶子サイズ(Sherrer)を示す。なお水を加えた試験SUS管内は 26.1MPa と算定され、臨界点(22.1MPa , 647K)を実に超えることを付記する。単純熱アニール(Thermal)に比し超臨界水アニール(SPCW: SuPerCriticalWaterとSASPCW: Salt Added SuPerCriticalWater)の優位性が明確となり、さらに添加NaClは結晶性向上にも寄与する結果となった。Ni微粉の粒度分布をFig. 3に示す。これより、NaCl添加はアグロメレーション抑制に効果的とでき、緒言にて記載の想定機構によると考える。なお KNO_3 添加ではオリジナル径が保持され、一方で処理後組成はNiOであったこと

を付記する。前処理の超音波印加がアグロメレーション抑制に多大な好影響を及ぼしており、Ni微粉間への添加NaClの初期高分散がオリジナル径保持への鍵となった。

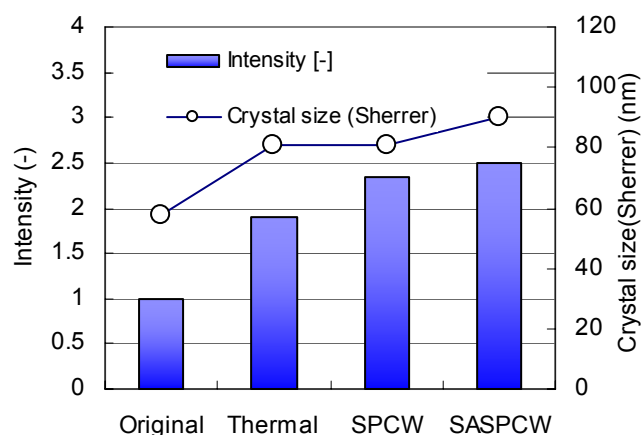
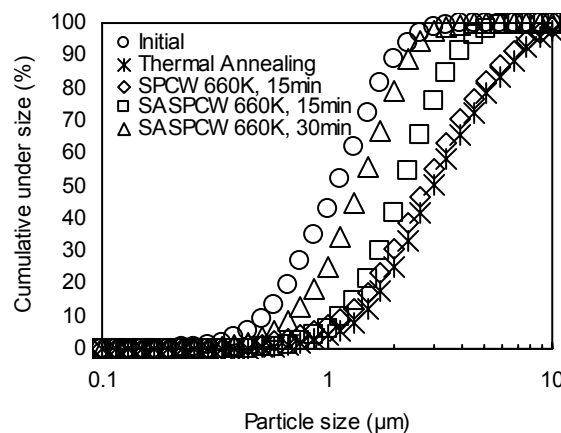
Fig. 2 XRD peak data (intensity at around 44.5° and crystal size) of original Ni particles and after each annealing treatments.

Fig. 3 Particle size distributions of original Ni particles and after each annealing treatments.

4. 結言

本研究により、金属微粉のノンアグロメレーション高結晶化手法として、水溶性金属塩添加型超臨界水アニールの有効性を示した。添加金属塩の金属微粉高結晶化への寄与について、機構解明が今後の課題である。

謝辞 本研究に用いたNi微粉は、株昭栄化学工業より提供頂いた。ここに記して謝意を表す。

連絡先:

出口清一, 052-789-3383, deguchi@nuce.nagoya-u.ac.jp