

L209

一方向凍結法を用いた配向連通気孔構造を有する多孔質アルミナの開発

(京大院工)○(学)喜多 亮太・(学)森 弘喜*・(正)佐野 紀彰・(正)田門 肇

1. 緒言

1.1 マクロポーラスセラミックス

セラミックスとは、主に金属酸化物を高温での熱処理によって焼き固めた焼結体のことであり、樹脂材料や金属材料に比べ耐熱性、耐腐食性に優れていることから、過酷な環境での使用が可能である。特に近年、資源の有効活用や自然環境保護の観点から水のリサイクルや脱塵フィルターなどの環境浄化材の分野においてマクロ孔を有するセラミックスの利用が期待されている。

1.2 一方向凍結法

我々は、ハイドロゲルを一方向凍結する際に生成する微細な氷柱をテンプレートとして利用する氷晶テンプレート法を用いて、マイクロハニカム状の有機ゲルやカーボングルの作製に成功している¹⁾。本研究では、ゼラチンハイドロゲルをバインダーとして利用することにより、均質な細孔径とハンドリング可能な機械的強度を有する多孔質アルミナを作製する。

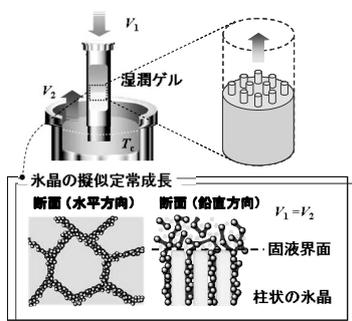


Fig. 1 一方向凍結法の概念図

2. 実験

2.1 試料作製方法

蒸留水 50 g にゼラチン (和光純薬工業製) 3.5 g を加え、ホットスターラーを用いて液温を 50°C に保った状態で 30 分間攪拌し、ゼラチンを完全に溶解させた。得られたゼラチン水溶液に α -アルミナ粉末 (和光純薬工業製、平均粒子径 500 nm) 14 g を加え、ホットスターラーで液温を 30°C に保った状態で 1 時間攪拌し、アルミナスラリーを調製した。スラリーを内径 7 mm の円筒状ガラス製容器に流し込んだ後、容器を直ちに氷水で冷却し、アルミナを含有したゼラチンハイドロゲルを得た。容器から取り出したアルミナ含有ゼラチンハイドロゲルを 10°C の蒸留水中に 24 時間浸漬し、ハイドロゲルの含水率を 95% 程度まで高めた。膨潤したアルミナ含有ゼラチンハイドロゲルを、内部を純水で満たしたポリプロピレン製のチューブ状セルの中に入れ、セルを一定速度で一定温度に保った冷媒中に垂直に挿入することにより一方向凍結を行った。凍結した試料は、凍結乾燥によって水分を除去した後、空気雰囲気下で焼成した。焼成条件は、加熱速度と冷却速度はともに 300°C/h、焼成温度は 1500°C、保持時間は 5 時間とした。

2.2 試料分析方法

アルミナ含有ゼラチンハイドロゲルの含水率は水分計を用いて測定した。試料のマイクロ形状や試料表面のナノ構造は走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した。細孔分布と平均細孔径は水銀圧入式ポロシメータを用い

て測定した。圧縮強度は圧壊時の荷重をロードセルを用いて評価し算出した。試料の真密度はガス置換式密度計を用いて測定した。

3. 結果と考察

Fig. 2 に試料の焼成前後の SEM 像を示す。焼成前の試料内部には、一方向凍結操作によって生成した氷柱がテンプレートの役割を果たし、直径約 10 μm の配向連通気孔が生成していることが確認できる。また、焼成後の試料においても直径約 1 μm のマクロ孔が存在しており、焼成時の収縮によってマクロ孔が消失することはない。Fig. 3 に水銀圧入式ポロシメータによって測定した細孔分布を示す。この多孔質アルミナは、0.87 μm をピークとする均質な細孔分布を有していることがわかる。密度計によって測定したこの材料の真密度は 4.03 g/cm^3 であり、 α -アルミナの真密度 3.98 g/cm^3 とほぼ等しかった。このことから、材料内部に閉気孔 (クローズドポア) はほとんど存在しないと考えられる。今回開発した材料は、77.8 % という高い気孔率を有し、圧縮強度も 12.5 MPa とハンドリングに十分な強度を有することから、高温脱塵フィルタなどへの応用が期待される。

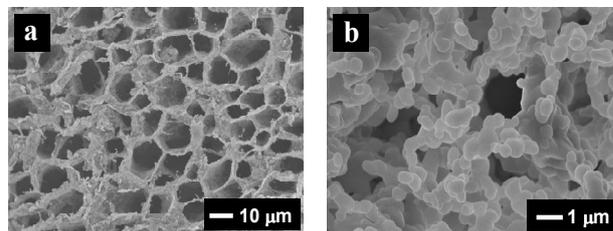


Fig. 2 焼成前後のSEM像(a: 焼成前, b: 焼成後)

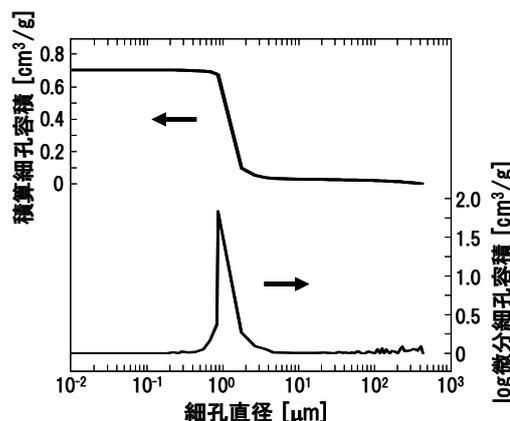


Fig. 3 水銀圧入法によって測定した細孔分布

1) H. Nishihara, S. R. Mukai and H. Tamon, *Carbon*, 42, 899 (2004)

*TEL : 075-383-2694, FAX : 075-383-2654

e-mail : h-mori@cheme.kyoto-u.ac.jp