



室蘭工業大学

学術資源アーカイブ

Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive



Tiの腐食反応を用いたCoTiO₃の合成

メタデータ	言語: jpn 出版者: 軽金属学会 公開日: 2016-01-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 寺本, 勝輝, 世利, 修美, 佐々木, 大地, 新井田, 要一 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10258/3843

Tiの腐食反応を用いたCoTiO₃の合成

その他（別言語等） のタイトル	Synthesis of CoTiO ₃ by Corrosion by Titanium
著者	寺本 勝輝, 世利 修美, 佐々木 大地, 新井田 要一
雑誌名	軽金属学会大会講演概要
巻	129
号	132
ページ	263-264
発行年	2015-10-21
URL	http://hdl.handle.net/10258/3843

Ti の腐食反応を用いた CoTiO_3 の合成

Synthesis of CoTiO_3 by Corrosion by Titanium

室蘭工業大学 ○ (学) 寺本 勝輝, 世利 修美, 佐々木 大地, 新井田 要一

Masaki TERAMOTO, Undergraduate student, Muroran Institute of Technology

Osami SERI, Muroran Institute of Technology

Daichi SASAKI, Muroran Institute of Technology

Yoichi NIIDA, Muroran Institute of Technology

1. 諸言

チタン酸コバルトはペロブスカイト型結晶構造を有し、誘電体や耐食性に優れた無機化合物の1つである。独特な緑色を利用し化粧品としても利用されている。また、可視光でも応答性を示す光触媒としての報告もされている。直近では、ペロブスカイト型結晶構造特有の強誘電性を利用したトランジスタやメモリなどの電子部品材料としての研究も行われている。チタン酸コバルト粒子は固相法で作られることが多い。固相法は安定した品質で大量生産できる等の利点がある一方で、高い焼成温度を必要とし、また生成物も比較的大きな粒子になるという不利な点も有する。これらを補う作製方法として液相法による作製例が報告されており、得られる粒子は均一な微細粒子でかつ高純度が期待できる。液相法に属する本法によって不純物の無い、微細な CoTiO_3 粉末の作製を試みた。

2. 実験方法

2.1 供試材

チタン粉末(99.3 mass%Ti, ニラコ(株)), コバルト粉末(99.5 mass%Co, 和光純薬工業(株)), 過酸化水素水(30 mass% H_2O_2 , 和光純薬工業(株)), アンモニア水(25% NH_3 , 和光純薬工業(株)), クエン酸(結晶物 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$, 和光純薬工業(株))を用いた。

2.2 作製方法

作製プロセスを Fig.1 のフローチャートで示す。 H_2O_2 (50 ml)にクエン酸(1.0 g)を添加し、この溶液に Co 粉末(0.30 g)を溶解させた(以下この溶液を A 溶液とする)。また、 H_2O_2 (50 ml)と NH_3 水(10 ml)の混合溶液にクエン酸(2.0 g)を添加し、この溶液にチタン粉末(0.25 g)を溶解させた(以下この溶液を B 溶液とする)。溶液 A と溶液 B を混合する際、溶液同士が反応し急沸する恐れがあるので、冷却しながら少量ずつ混合することに注意した。溶液は緑色になった。溶液を約 60 °C に加熱し、気泡が出てないことを確認してからこの溶液を乾燥器(373 K, 86.4 ks)中で乾燥した。得られた粉末を乳鉢で粉碎し、焼成(1473 K, 7.2 ks)し、緑色粉末を得た。得られた粉末は以下の測定に供した。

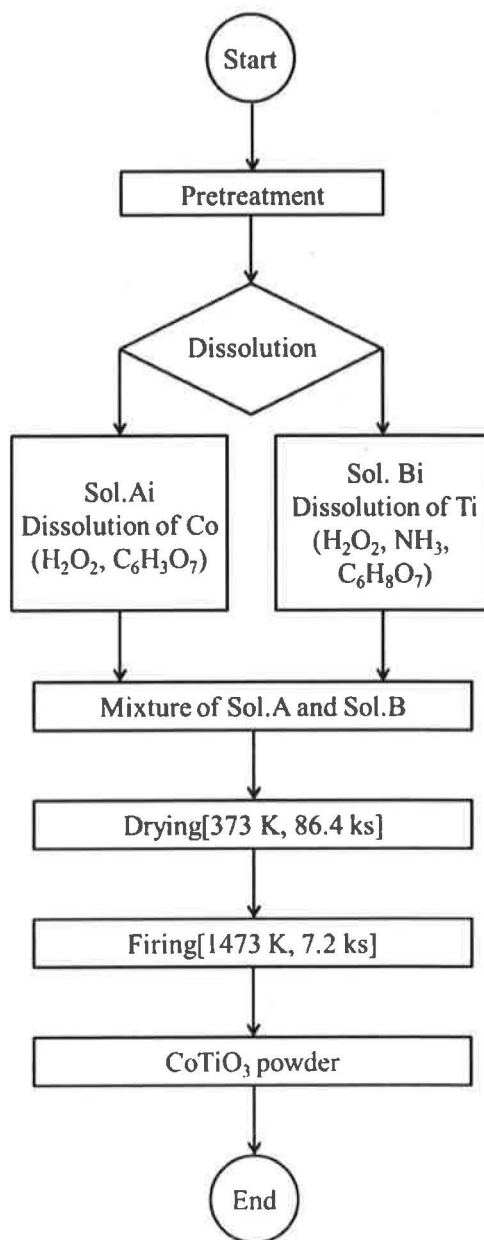


Fig.1 Flowchart of Synthesis of CoTiO_3

2.3 評価方法

得られた粉末の XRD 解析, 粒度分布解析, 粒子の形状観察 (SEM 観察) を行った。XRD 解析には卓上粉末 X 線回折装置 (株) リガク製, MiniFlex II), 粒度分布解析にはマイクロトラック粒度分布測定装置 (日機装 (株), MT3000), 粒子の観察には走査型電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製, JSM-6060) を用いた。

3. 実験結果と考察

3.1 XRD 解析

本法で得られた粉末の XRD 解析を行った。その結果を Fig.2 に示す。

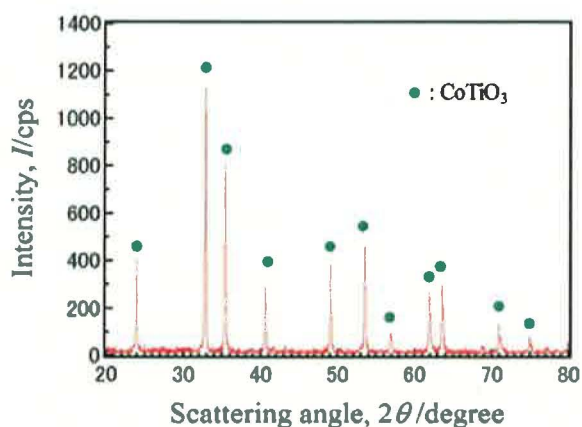


Fig.2 X-ray diffraction pattern.

結晶性を示す高いピークが観察された。格子定数は $a = b = 5.0662 \text{ \AA}$, $c = 13.9180$ であった。回折角 $2\theta = 23.92^\circ$, 32.78° , 35.38° , 49.04° 等のピークよりチタン酸コバルトと同定された。

3.2 粒度分布

得られたチタン酸コバルトの粒度分布を測定した。その結果を Fig.3 に示す。

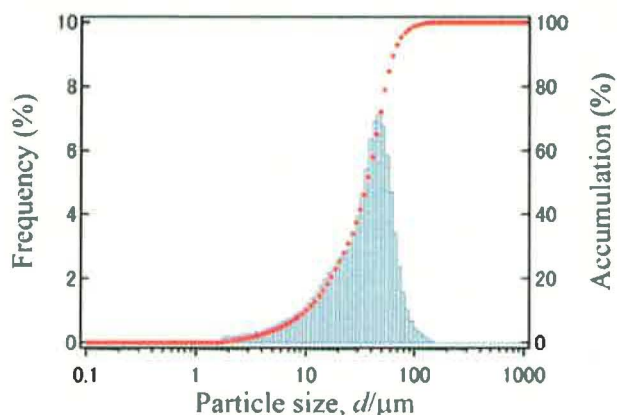


Fig.3 Particle size distribution of CoTiO_3 powder which was fired at 1473 K.

分布の範囲は約 $1.78 \mu\text{m} \sim 148 \mu\text{m}$ に収まっており、累積分布より平均粒径は $48 \mu\text{m}$ を示した。

3.3 SEM 観察

得られたチタン酸コバルトの形状を知るため、SEM 観察を行った。その結果を Fig.4 に示す。

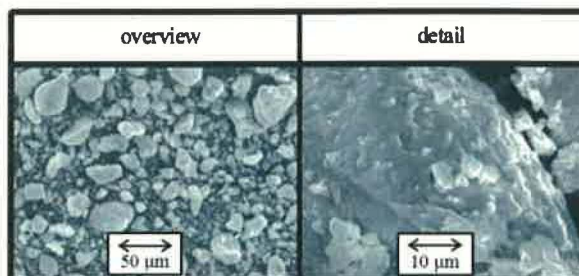


Fig.4 Observations of CoTiO_3 powder

左手の図は、全体像を示し、右の図はその拡大図である。形状は不定形であった。

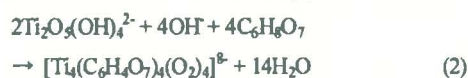
4. 考察

H_2O_2 と NH_3 の混合溶液中におけるチタン粉末の溶解反応は(1)式が考えられる。



$(\text{NH}_4)_2[\text{Ti}(\text{OH})_{10}]$ はアンモニア配位のペルオキシチタン酸である。 H_2O_2 はアルカリ条件下において非常に不安定であり、時間経過とともに H_2O_2 が分解される。 $(\text{NH}_4)_2[\text{Ti}(\text{OH})_{10}]$ は不安定で、溶液内の H_2O_2 と NH_3 の濃度が低下すると黄色沈殿物が生成され、 TiO_2 系不純物の混在が考えられる。

そこで、ペルオキシチタン酸錯体を安定化させる目的でクエン酸を添加した。そのときの反応式は(2)式が考えられる。



また、ペルオキシ基 $(\text{O}_2)^{2-}$ とクエン酸がチタンに配位したので、加水分解を抑制することができると考えられる。これよりチタンが時間経過によって沈殿することがなくなり、高純度の CoTiO_3 が得られたものと考えられる。

5. 結言

金属コバルトを、クエン酸を添加した H_2O_2 溶液で溶解した。また金属チタンをクエン酸を添加した H_2O_2 と NH_3 水の混合溶液で溶解し、これら 2 つの溶液を混合し、乾燥・焼成することによりチタン酸コバルトを得た。本法によるチタン酸コバルトの作製方法とそのメカニズムをチタンとコバルトの腐食防食の観点から考察した。