

先端研究施設共用促進事業  
利用成果報告書

有償公開利用

課題番号：100514-01

利用課題名：SIMS による過熱水蒸気の固相反応促進効果の解明(1)

利用者名：柳澤和道

高知大学理学部附属水熱化学実験所

利用施設： 名古屋工業大学 大型設備基盤センター

利用期間： 平成 22 年 5 月 14 日～平成 22 年 7 月 30 日

背景と利用目的：

ルチル粉末と炭酸バリウムなどのアルカリ土類金属炭酸塩との固相反応を水蒸気を流しながら実施することにより、反応速度が大幅に加速されることを見出した。例えば、チタン酸バリウムが単相で得られるのは、空気中で 800 °C、12 時間の仮焼が必要であるが、水蒸気中では 750 °C、2 時間の仮焼により、チタン酸バリウムが単相で得られた。

この反応促進効果は、水蒸気による次の四つの要因が考えられる。

- (1) 炭酸塩の熱分解促進
- (2) 水酸化物の形成と気相輸送
- (3) ルチル粉末表面の結合切断
- (4) 結晶構造内での空孔形成による拡散促進

本研究では、反応促進機構（3）が実際に生じていることを実証するために、酸素同位体で置換された水( $\text{H}_2^{18}\text{O}$ )を水蒸気として導入することにより、生成したチタン酸バリウム構造内の酸素の一部が  $^{18}\text{O}$  に置換されていることを二次イオン質量分析(SIMS)により裏付けることを目的とした。

実験・解析方法：

ルチル粉末と炭酸バリウムとの固相反応を 1000 °C、30 分、蒸留水または酸素同位体水を水蒸気として導入した水蒸気雰囲気下でおこなった。焼成して得られたチタン酸バリウム粉末を加圧成形し、試料表面にセシウムイオンを照射させることで、表面から放出される酸素 16, 酸素 18, チタン 48 の二次イオンの質量分析おこなった。使用装置は SIMS-4000

(ATOMICA)である。

成果の概要：

蒸留水を水蒸気として導入した固相反応において、得られたチタン酸バリウム内の $^{18}\text{O}$ 濃度は自然界に存在する $^{18}\text{O}$ 濃度(0.2%)とほぼ一致した。一方、酸素同位体水を水蒸気として導入した固相反応では、6.7%の $^{18}\text{O}$ がチタン酸バリウム構造内に導入されていることがSIMS分析により明らかとなった。水蒸気中の酸素が焼成中にチタン酸バリウム構造内に取り込まれることが裏付けられた。

社会、経済への波及効果の見通し：

チタン酸バリウムの固相反応を促進させる水蒸気の働きが明らかになることで、水蒸気導入固相反応を他の誘電体材料や無機蛍光体材料などの機能性複酸化物の低温固相反応合成へ繋げられる。従来の固相反応場へ水蒸気を導入するだけで低温、短時間で機能性複酸化物が得られることから、セラミックス粉末の合成分野での新たな発展が期待できる。

論文発表状況・特許出願：

本研究のベースとなる水蒸気雰囲気下での固相反応によるチタン酸バリウムの生成促進に関しては、既に“Journal of the European Ceramic Society”に発表した。今回の得られた結果に関しては、今後さらにデータを追加して学術誌に投稿していきたい。

参考文献：

T. Kozawa et al., Accelerated formation of barium titanate by solid-state reaction in water vapour atmosphere, J. Eur. Ceram. Soc., 29 (2009) 3259-3264.

利用成果の公表：

可

成果公開延期の希望の有無：

なし