

A19 高次構造制御された酸化ニオブナノ粒子の水熱合成

(名工大) ○ 淵上輝顕・木俣良介・柿本健一

E-mail: fuchigami.teruaki@nitech.ac.jp

【緒言】

酸化ニオブナノ粒子は有機合成におけるルイス酸触媒として、またリチウムイオン電池のアニードとしての利用が期待されている。高い触媒活性やイオン伝導性を得るためには、ナノ粒子の複雑な高次構造を制御し、界面を効果的に利用する必要がある。本研究では、液中に遊離している有機酸イオンがナノ粒子の核生成、粒成長過程に影響すると考え^[1]、有機酸を添加した水熱合成による高次構造制御を目的としている。本検討では、シュウ酸を添加した水熱合成により酸化ニオブナノ粒子を合成し、シュウ酸イオン濃度と高次構造、諸特性の関係を調査した。

【実験方法】

0.02 mol/L シュウ酸ニオブ錯体水溶液に無水シュウ酸を 0-0.4 mol/L になるように添加し、300 RPM で攪拌しながら 200 °C、2 時間加熱して酸化ニオブナノ粒子を合成した。遠心分離と加水を繰り返して 3 回洗浄した後に、60 °C で乾燥させた。TEM および SEM を用いてナノ粒子の微細構造観察を、BET 法により比表面積を測定した。

【結果と考察】

図 1 に合成した酸化ニオブナノ粒子の TEM 像を示す。シュウ酸を添加せずに合成した試料では、短軸長 8 nm、長軸長 60 nm 程度のロッド状構造が観察された。一方、シュウ酸を 0.4 mol/L 添加した試料では、短軸長 3-5 nm のナノロッドが放射状に成長したウニ状構造が観察された。この結果から、シュウ酸イオンがロッド状構造の形成に寄与している、また遊離のシュウ酸イオン濃度が核生成と粒成長過程に影響していると考えられる。表 1 に BET 比表面積を示す。ウニ状酸化ニオブナノ粒子では、単分散ナノロッドの十倍以上のサイズにも関わらず、表面の特異なナノ構造によって、190 m²/g と大きな比表面積を示した。講演では高次構造と物性の関係について議論する。

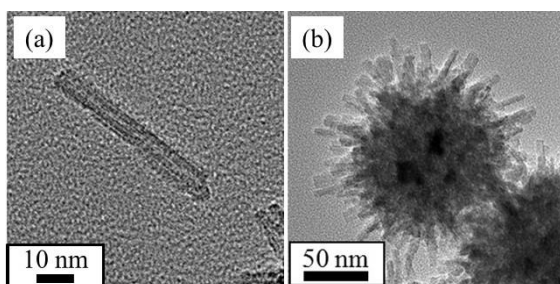


図 1 シュウ酸添加量を変えて水熱合成した酸化ニオブ粒子の TEM 像(a) 0 mol/L、(b) 0.4 mol/L

表 1 シュウ酸添加量を変えて合成した酸化ニオブ粒子の BET 比表面積

シュウ酸添加量 (mol/L)	形状	BET 比表面積 (m ² /g)
0	ロッド	285
0.4	ウニ	190

【参考文献】

[1] Teruaki Fuchigami and Ken-ichi Kakimoto, J. Mater. Res., 32, 17 (2017) 3326-3332