

反応条件が六角板状酸化亜鉛単結晶粒子に与える影響

(千葉工大¹, 東理大理工², 埼玉大院理工³)

○渡井麗人¹, 浅岡恭介¹, 柴田裕史¹, 小倉卓²,
酒井秀樹², 阿部正彦², 藤森厚裕³, 橋本和明¹

1. 目的

サンスクリーン剤, 医薬品などに応用されている酸化亜鉛(ZnO)は, 反応時間, 反応温度, pH および添加物などの反応条件を変化させることにより, 種々の形状の粒子を形成することが知られている. 当研究室ではこれまでに, アニオン界面活性剤分子集合体存在下で硫酸亜鉛七水和物を亜鉛源として水熱合成を行う事で, 六角板状酸化亜鉛単結晶粒子が得られることを見出している. 本研究では, 液相合成する際の反応条件が, 得られる酸化亜鉛粒子の形状に与える影響について検討を行うことを目的とした.

2. 実験方法

アニオン界面活性剤としてヘキサデシル硫酸ナトリウム (SHS), pH 調整剤としてアンモニア水(NH₃(aq)), 亜鉛源として硫酸亜鉛七水和物を用いた. pH 値を 12~13 に調整した SHS 水溶液に 2 M 硫酸亜鉛七水和物を添加し, SHS 濃度 300 mM の混合溶液 (全量 60 ml) を作製した. この混合溶液を 70 °C で 24 時間かくはんした後, 120~165 °C にて 6~24 h 水熱処理を行った. 得られた試料の一部を遠心分離およびイオン交換水による洗浄を行って走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察用試料とした. 残りの沈殿物を吸引濾過, イオン交換水で洗浄を行い 60 °C で乾燥させたものを X 線回折 (XRD) 測定用の試料とした.

3. 結果および考察

まず, 150°C, 24 h の水熱処理で得られた粒子の形状について SEM 観察により検討した. Fig. 1(a)に SHS を添加して調製した粒子の SEM 像を示す. また, 比較のため SHS を添加せずに調製した粒子の SEM 像を Fig. 1(b)に示す. SHS を添加することで六角板状の粒子が形成しているのに対し, SHS を添加せずに調製した粒子は約 2 μm の六角柱状を有していることがわかる. 次に, 得られた粒子の XRD 測定を行った. その結果, いずれの粒子とも結晶性の高い酸化亜鉛であることがわかった. 一方, 酸化亜鉛の回折ピークの強度に着目すると, SHS を添加して得られた粒子は, 添加せずに調製を行った粒子に比べ, (002)面に帰属される回折ピークの強度が著しく高くなっていることが観測された. これは, SHS を添加して調製を行うことで, 酸化亜鉛結晶の c 面配向性が高くなることを示す. ここで酸化亜鉛の結晶構造に着目すると, c 面は亜鉛原子が多く露出している. そのため, 静電的相互作用により SHS が c 面に吸着し, c 軸方向の結晶成長を抑制することで, 酸化亜鉛の c 面が露出した六角板状の酸化亜鉛粒子が形成したと考えられる.

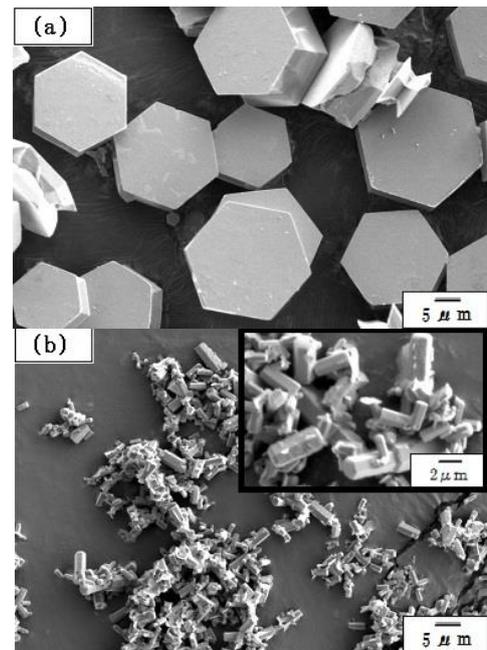


Fig.1 SEM images of ZnO particles synthesized (a) with and (b) without SHS.

Influence of Reaction Condition on Single-Crystal Hexagonal Platy-like Zinc Oxide Particles

Y.WATAI, K.ASAOKA, H.SHIBATA, T.OGURA, H.SAKAI, M.ABE, A.FUJIMORI, K.HASHIMOTO

(Chiba Institute of Technology, hirobumi.shibata@it-chiba.ac.jp)

In this study, we synthesized single-crystal hexagonal platy-like zinc oxide particles and investigated the effect of reaction condition on formation of the particle morphology. SEM images and XRD patterns clearly show that the formation of hexagonal platy-like zinc oxide particles requires the presence of SHS and the temperature above 135°C in the hydrothermal process.