

高純度アルミナの新規技術開発と用途展開



住友化学株式会社

エネルギー・機能材料研究所

坂元 俊介

梶野 哲平

奈須 義総

榊 祥太

酒谷 能彰

New Technology and Application Development of High Purity Alumina

Sumitomo Chemical Co., Ltd.

Energy & Functional Materials Research Laboratory

Shunsuke SAKAMOTO

Tepei KAJINO

Tomomichi NASU

Shota SAKAKI

Yoshiaki SAKATANI

Alumina having a purity of 99.99% (4N) or more is classified as high purity alumina, and has been put into production using several manufacturing methods. Among them, Sumitomo's high purity alumina is manufactured using the hydrolysis method of aluminium alkoxide, and the company has developed various high purity alumina powders to meet customer requirements and expand its business. This report outlines the features of high purity alumina and the development of new grades for future applications.

はじめに

アルミナ (Al_2O_3) はアルミニウム (Al) と酸素 (O) から構成される金属酸化物である。アルミニウムはクラーク数 (地表に存在する元素の割合) が3番で、比較的多く地中に含まれていることもあり、アルミナは最も汎用的な金属酸化物の一つとして知られている。またアルミナは、耐熱性、絶縁性、耐摩耗性、耐腐食性などの優れた物理的、化学的特性を有しており、これまでに幅広い分野で利用されてきた。

一般的にアルミナは、ボーキサイト鉱石から苛性ソーダで抽出されたアルミン酸ソーダの過飽和溶液から、晶析により得られる水酸化アルミニウムを焼成して得ることができる。この方法はバイヤー法として知られ、得られるアルミナの純度は99.6~99.9%であり、耐火物、スパークプラグ、IC基板他に広く用いられている。

一方、純度99.99% (4N) 以上のアルミナは高純度アルミナと呼ばれ、LED用基板、時計窓用サファイアなどの単結晶材料、高圧ナトリウムランプ用透光管や高強度セラミック工具などのファンセラミッ

クス材料、リチウムイオン電池のセパレーターへのコート材や高輝度蛍光体の原料に使用されている。また、微粒で粒度分布が均一であるという特徴を有し、磁気テープの研磨材フィラーや、金属、プラスチックなどの精密研磨材としても使用されている。

当社では、アルミニウムアルコキシドの加水分解法による高純度アルミナの量産技術を確立し、1981年の上市以降、顧客ニーズに合わせたさまざまな高純度アルミナ粉末を開発して、事業展開を図ってきた。

本稿では高純度アルミナの特徴と、当社での新規グレードの開発状況、および今後の用途展開について紹介する。

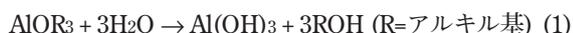
高純度アルミナの製造技術

高純度アルミナの工業的な製造方法としては、アルミニウムアルコキシドの加水分解法、アンモニウムミョウバンの熱分解法、アンモニウムアルミニウム炭酸塩 (AACH) の熱分解法、アルミニウムの水中火花放電法、気相酸化法などが知られている。次に、これらの製法について紹介する。

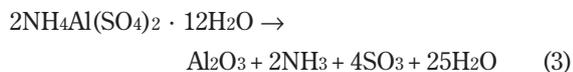
1. アルミニウムアルコキシド加水分解法¹⁾

アルミニウムとアルコールを高温度で反応させると、アルミニウムアルコキシドが得られ、これを式(1)の通り加水分解して水酸化アルミニウムとし、焼成すると式(2)に従って結晶型が γ 、 δ 、 θ の中間アルミナを経て、高温安定相の α -アルミナが得られる。

加水分解により生成するアルコールは、分離回収してアルコキシド合成工程へリサイクルすることが可能である。この方法は、高純度のアルミニウムアルコキシドを合成しやすく、生成したアルミニウムアルコキシドを蒸留などの操作によりさらに精製できるため、最も純度の高いアルミナが製造しやすい方法である。

2. アンモニウムミョウバン熱分解法²⁾

古くからベルヌーイ法による人造宝石の原料アルミナとして用いられてきた、代表的な高純度アルミナの製造法である。アンモニウムミョウバンは硫酸アルミニウムと硫酸アンモニウムを反応させて得られ、熱分解の反応式は式(3)の通りである。



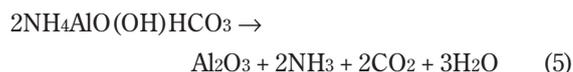
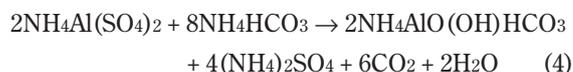
アンモニウムミョウバンは主として再結晶により精製されるが、ミョウバンに含まれるカチオンにより挙動が異なる。ナトリウム、マグネシウム、カルシウムがカチオンの場合、再結晶により除去が容易であるが、カリウム、ガリウムがカチオンの場合は除去しにくいとされている。また、除去率はミョウバン析出時のpHにも影響される。

アンモニウムミョウバンからアルミナを得る場合、熱分解により重量が約1/9になるため、精製に当たってはアルミナの目標純度より1桁高純度のアンモニウムミョウバンに精製する必要がある。さらに、アンモニウムミョウバンは約80℃で自己の結晶水に溶解し、粘稠な液となり、さらに加熱すると固化するとともに、 NH_3 や SO_3 などを発生しつつ熱分解し、約900℃で γ -アルミナとなる。 SO_3 などの硫黄分を完全に除去するには1150℃以上の焼成が必要とされる。この固化時に発泡するという特異な熱分解挙動により、かさ密度の小さい凝集の少ないアルミナが得られるという特徴があるが、近年環境問題に対する意識の高まりにより、 NH_3 や SO_3 などのガスの除害処理が製造プロセスの環境負荷低減の点で課題とされている。

3. アンモニウムアルミニウム炭酸塩 (AACH)

熱分解法³⁾

アンモニウムミョウバンと炭酸水素アンモニウムから、式(4)に従って、アンモニウムアルミニウム炭酸塩(略してAACH)を合成し、これを熱分解して高純度アルミナを得る方法である。



AACHの合成条件が、アルミナの焼結性などに大きな影響を与えることが知られており、最適条件下では長径1.2~2 μm 、短径0.5~0.9 μm の米粒状の微粒子AACHが生成し、熱分解により得られる α -アルミナは0.1~0.2 μm の微粒子で、焼結性が良いとされている。

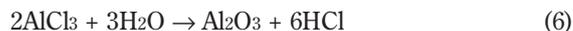
AACHは水との親和性が小さく、ろ過や乾燥などの取り扱いが容易であり、ミョウバン熱分解法に比べ SO_3 ガスの発生がないという利点があるが、ミョウバンを原料としてAACHを合成することによりコストアップとなる。

4. アルミニウムの水中放電法⁴⁾

水中に設置した向かい合う電極(アルミニウムペレット)に電圧を印加し、電極間で火花放電を行うと、放電よりアルミニウムの表面の一部が溶融して剥離し、剥離したアルミニウムの粉と水の電気分解で生成したOHラジカルが結合して水酸化アルミニウムが生成する。これを焼成して高純度アルミナを得ることができる。

5. 気相酸化法⁵⁾

塩化アルミニウムを気化させ、式(6)の通り酸水素炎中で燃焼加水分解して高純度アルミナを得ることができる。



一般に酸水素炎中による燃焼反応で得られるアルミナは、シリカやチタニアの合成の場合と同様に、一次粒子径が小さく、嵩高い二次凝集粒子を形成し、水などへの分散性の良好な粉末が得られる。得られるアルミナの結晶型は δ -アルミナで、不純物として副生するHClなどを含むことが多いとされている。

微粒アルミナの開発

当社ではこれまでに多様な用途に対応するため、

Table 1 Various properties of Sumitomo's high purity alumina

		AKP-20	AKP-30	AKP-50	AKP-3000	HIT-50
Crystal structure		α	α	α	α	α
Purity	(%)	>99.99	>99.99	>99.99	>99.995	>99.95
Particle size	(μm)	0.4–0.6	0.3–0.5	0.1–0.3	0.4–0.7	–0.25–
Loose bulk density	(g/cm^3)	0.7–1.1	0.7–1.0	0.6–1.1	0.3–0.6	–
BET specific surface area	(m^2/g)	4–6	5–10	9–15	4–8	6–13
Impurity level	Si (ppm)	≤ 40	≤ 40	≤ 25	≤ 20	≤ 50
	Na (ppm)	≤ 10				
	Mg (ppm)	≤ 10				
	Cu (ppm)	≤ 10				
	Fe (ppm)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	≤ 10	≤ 30

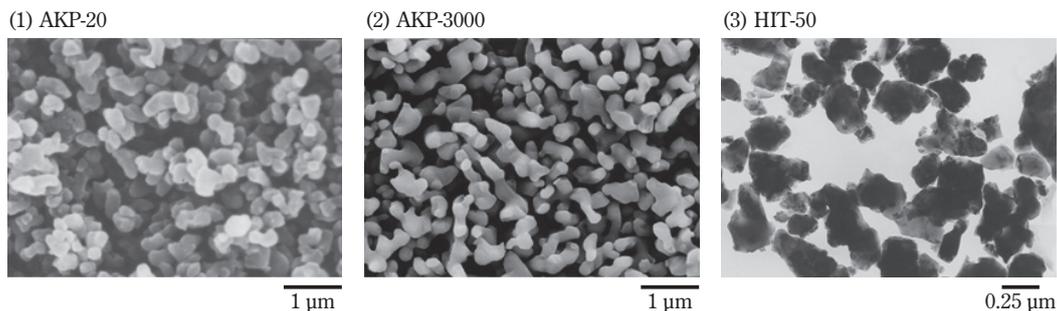
**Fig. 1** SEM image of Sumitomo's high purity alumina

Table 1やFig. 1に示すような数 μm 以下の粒径を持つ種々の微粒アルミナの開発を行ってきた。これらはセラミックス焼結体、リチウムイオン電池のセパレーターコート材、研磨剤等、幅広い分野で使われている。

微粒アルミナの中でも、ナノスケールなどの微粒子は、一般にマイクロサイズの粒子よりも大きな比表面積を持つなど化学的・物理的に優れた特性を示すことから、大きな期待を集めている⁶⁾。

微粒アルミナの主要な用途であるセラミックス材料では、原料アルミナをナノサイズの構成結晶粒子にまで微細化したうえで成型・焼成することで、一般的にセラミックス材料の欠点となる脆性が改善された強靱な材料になることが報告されている⁷⁾。ここで得られる緻密焼結体は、比較的低温で焼成できる利点もある。アルミナ焼結体からなるセラミックス材料は、その耐熱性・耐腐食性の高さから、プラズマや薬液などの過酷な環境にさらされる半導体製造装置内部の部品に用いられている。この分野は次世代通信規格「5G」機器の普及が間近になっていることから市場拡大が予想されているが、半導体回路の微細化に伴い、製造条件もさらに過酷になり、セラミックス部品にもより高い耐性が求められる。これまで以上に緻密焼結体の作製が可能なナノサイズの微細なアルミナ粒子が求められる。

アルミナに限らず、近年の微粒化、ナノ粒子化による無機酸化物の高機能化の流れの中で、新規グレードを開発をする上で不可欠な粉碎機、分散機、分級機などが続々と開発されている。これら装置を用いて製造条件を最適化することにより、各種用途に応じたナノサイズの微粒アルミナ粉体の開発が可能となる。一般に一次粒子が小さくなるほど凝集粒子が発生するが、これを抑制するためのさまざまな添加剤の開発も重要である。ナノサイズの微粒アルミナはセラミックス焼結体用途の他に、リチウムイオン電池のセパレーターコート層の薄膜化、触媒用途の高活性化、複合材料の均一化など幅広い用途での効果が期待される⁸⁾。

アルミナの合成方法としては前述の通りさまざまな方法があるが、通常アルミナ結晶の中間アルミナから α -アルミナへの転移温度は約1200 $^{\circ}\text{C}$ と高温で、粒成長と粒子間のネッキングの発達に伴う凝集が同時に起こるために、分散性が良好なナノサイズの α -アルミナの製造は難しいとされている。また、ラボレベルでのナノサイズの α -アルミナには気相法、アルコキシドを用いたゾルゲル法、ハイドロサーマル法、共沈法、錯体重合法などいくつかの合成法が知られているが、この中でもゾルゲル法は高純度・高比表面積をもつ微粒子が得られる点で有利である⁹⁾。

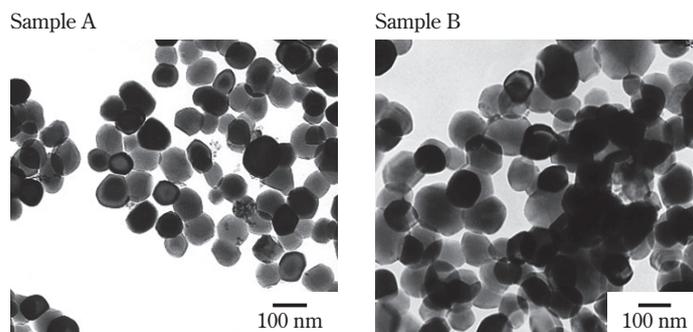


Fig. 2 TEM image of Sumitomo's ultra fine high purity alumina

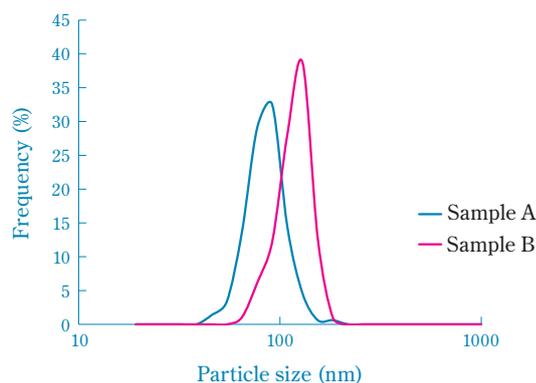


Fig. 3 Particle size distribution of Sumitomo's ultra fine high purity alumina

Table 2 Typical properties of Sumitomo's ultra fine high purity alumina

	Sample A	Sample B
Crystal structure	α	α
Particle size* (nm)	70	110
BET specific surface area (m ² /g)	16	12

*: Measured by TEM

技術的には α 型結晶への転移温度を低下させることが重要であり、アルミナ前駆体や種の添加等、低温での α 型転移の実現に向けてプロセス検討が精力的に進められている。

当社においては長年の知見をもとに鋭意検討した結果、工業的に可能な手法でナノサイズの α -アルミナを開発することができた。ナノサイズ α -アルミナのTEM像をFig. 2、粒度分布をFig. 3、物性値をTable 2に示す。プロセスを最適化することにより、ナノサイズでの粒子径制御が可能であり、球状かつ結晶型が α のアルミナは、前述の種々の用途における展開が期待されている。さらに、適切な微粒化装置と組み合わせることで今後の可能性を広げていく。

大粒径アルミナの開発

近年、自動車分野に代表されるように機器の電動化や電子制御化が進行しており、発熱部品の搭載箇所が急激に増加している。電子機器は熱によって故障率が上がり寿命も短くなるため、信頼性を確保するための熱設計・熱対策が重要である。一般的に、電子機器の熱対策には、発熱部からヒートシンクやケースなどに熱を伝える放熱材料が用いられる。放熱材料はFig. 4に示すように熱伝導性フィラーをシリコンやエポキシなどのマトリックス樹脂に充填した複合材料で、フィラーの熱伝導特性と樹脂の物理特性を兼ね備えている。放熱材料を高熱伝導化するためには、熱伝導性フィラーを上手く接触させて熱伝導の経路を形成することが重要である。

熱伝導性フィラーには、金属やカーボンなどの導電フィラーと、セラミックスなどの絶縁フィラーがある。金属やカーボンなどの導電フィラーは熱伝導率が高いものの、ICチップやインバータなど電圧がかかる周辺部位に用いるとショートや感電の危険性があり、フィラーとして使用できる範囲が限定される。一方で、絶縁フィラーは耐電圧性があるものの導電フィラーと比較すると熱伝導率が一桁ほど低く熱伝導性に劣っており、高い熱伝導性が求められる

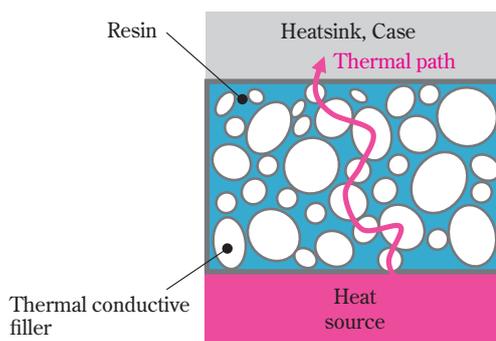


Fig. 4 Image of cross section of thermal interface material

場合にはフィラーの充填率を上げる必要がある。

電子機器の高性能化に伴い処理速度の大きい半導体素子の使用が増加しているが、その分発熱量も大きくなっている。また、機器の小型化が進んでいるため、各種デバイスが高密度に実装され熱密度が高まっている。これらの理由より、放熱材料には今まで以上に高熱伝導化が求められている。加えて、高電圧・大電流で動作するパワー半導体に用いる放熱材料には今まで以上に高い絶縁信頼性が必要となるため、絶縁性の高いセラミックスフィラーの使用量が増加すると考えられる。

主なセラミックスフィラーとしては、Table 3に示すような窒化ホウ素、窒化アルミ、アルミナなどセラミックスの中では熱伝導率の高い材料が用いられている。導電材料に比べて熱伝導性に劣るセラミックス材料で、いかに放熱性を向上させられるかが課題となる。窒化ホウ素や窒化アルミはアルミナと比較して熱伝導率が高く、放熱材料の高熱伝導化が期待できるが、価格が高いことに課題がある。また、窒化ホウ素は熱伝導率に結晶異方性があること、窒化アルミは耐水性に課題があることから、取り扱いにくいという課題がある。アルミナは比較的安価で電気絶縁性が高く化学的に安定で放熱フィラーとして高い信頼性を有しているため、放熱材料に現在最も多く使用されている。

これまで当社では、独自の合成法である *In Situ* Chemical Vapor Deposition法¹⁰⁾により粒子サイズの

揃った高純度アルミナであるAA（アドバンストアルミナ）シリーズを製造、販売してきた。アドバンストアルミナはFig. 5に示すような多面体形状の球形に近い単結晶粒子である。アルミナの中では熱伝導率の高い α 相の単結晶であること、高充填化した際に他のフィラーと面接触する多面体形状であることから、高熱伝導のアルミナフィラーとして利用されている。アドバンストアルミナの特徴としては、サブミクロン（0.2 μm ）から18 μm まで幅広い中心粒径の製品群をラインナップしている点も挙げられる。熱伝導率を向上させるためには熱伝導性フィラーを最密充填することが重要であるため、いくつかの種類を中心粒径が異なるアドバンストアルミナを混合することで最密充填に近い状態を実現し、高い熱伝導率を達成することができる。

アルミナ（ α 相）の熱伝導率は30–40 W/m Kであるが、充填性に優れた球状アルミナを高充填した場合でも放熱材の熱伝導率は4–6 W/m K程度になる¹¹⁾。これは、Fig. 6(a)に示すように、アルミナと樹脂の界面において熱伝導率の低い樹脂が熱伝導の妨げになるためであると考えられる。そのため、熱伝導率を向上させるには効率的に熱伝導パスを形成する必要がある。粒径の大きいアルミナを使用することは、Fig. 6(b)に示すようにアルミナ粒子内の熱伝導パスが長くなり、放熱を妨げるアルミナと樹脂の界面が少なくなるため、放熱材料を高熱伝導化する効果がある¹²⁾。そこで、メインフィラーとして新規に開発した当社

Table 3 Typical properties of thermal conductive materials

	Boron nitride	Aluminium nitride	Spherical alumina	Advanced Alumina (AA)
Thermal conductivity	◎	◎	○ (×: Fine size)	○
Cost	× High	× High	○ (△: Fine size)	△
Handling ability	× Crystalline anisotropy	× Water resistance	◎	○
Particle size (μm)	0.5–40	1–80	<100	0.2–18

◎: Excellent ○: Good △: Not bad ×: Poor

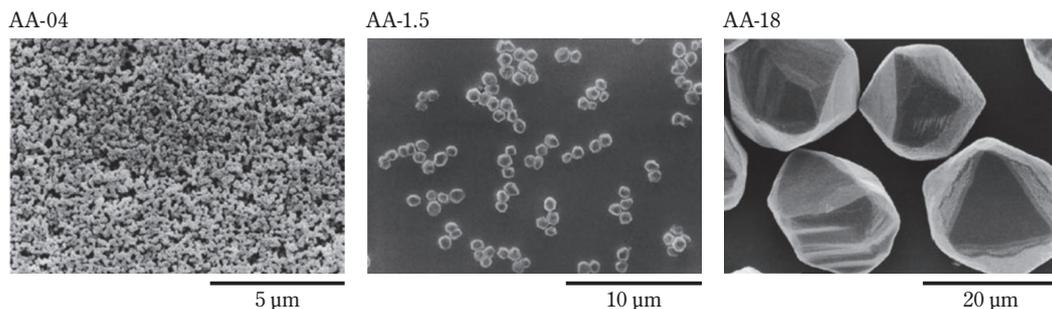


Fig. 5 SEM image of Advanced Alumina (AA)

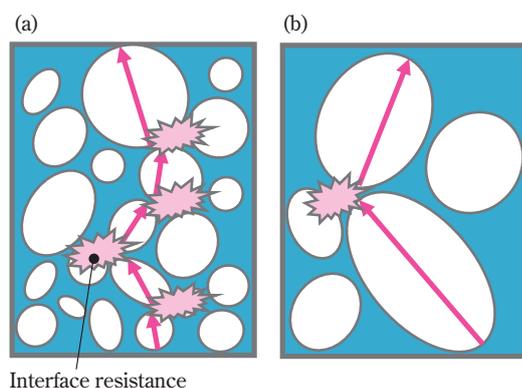


Fig. 6 Image of thermal dissipation in thermal interface material
(a) Conventional spherical alumina
(b) Developed large-size alumina

の大粒径アルミナと一般的な球状アルミナ、サブフィラーとして当社製品のアドバンストアルミナを用いて、大粒径アルミナの放熱材を高熱伝導率化する効果を評価した。

大粒径アルミナ開発品の電子顕微鏡写真をFig. 7に示す。中心粒径は260 μm で、一般的にメインフィラーとして使用されている球状・丸み状アルミナ(10–100 μm)よりも粒径が大きい¹¹⁾。当社の開発品は α 化率と真密度が高いという特徴もあり、放熱材の熱伝導率を向上させる高熱伝導フィラーとしての効果が期待される。

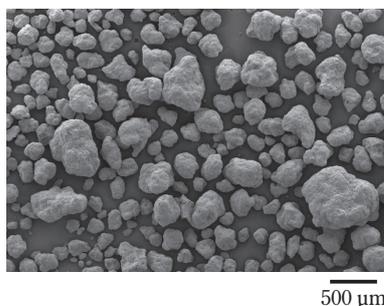


Fig. 7 SEM images of developed large-size alumina

大粒径アルミナ開発品をエポキシ樹脂と混練して放熱材を作製し、レーザーフラッシュ法で熱伝導率を評価した結果をFig. 8に示す。大粒径アルミナを使用することで熱伝導率の向上効果が確認でき、フィラーの体積充填率が高くなるほど効果も大きくなった。体積充填率80 vol%では、アルミナのみで配合系で熱伝導率10.4 W/m Kを達成した。この値は従来の一般的な球状アルミナを用いた場合の熱伝導率4.2 W/m Kよりも非常に大きく、高熱伝導が要求される用途にアルミナが適用される可能性を示している。

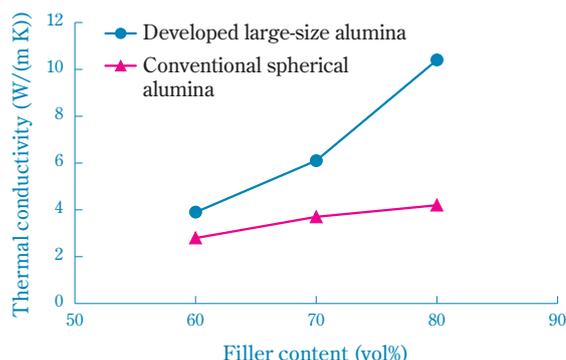


Fig. 8 Thermal conductivity of thermal interface material compounded developed large-size alumina

多孔質体（無機分離膜）への展開

アルミナを用いた多孔質体は、その優れた耐薬品性、耐熱性から分離膜用途としても使用されている。分離膜は分離技術の中でも省エネルギーのプロセスとして期待されている。例えばアメリカでは、産業エネルギー消費の約半分が分離プロセスに由来するものであり、分離プロセスの約半分が蒸留プロセスといわれているが、膜分離を用いて蒸留プロセスを代替することができれば、約90%のエネルギーを削減できると期待されている¹³⁾。

近年、無機分離膜の研究が盛んに行われており、無機物の持つ優れた化学的安定性と耐熱性から、有機物を含んだプロセスや高温プロセスへ直接適用できると考えられている。例えば、アルコールの脱水や、アルカンとアルケンの分離、温室効果ガスであるCO₂の分離、次世代エネルギーとして期待されているH₂の分離、さらには、分離と反応を組み合わせることで平衡をシフトさせることができるために高い転化率を示すメンブレンリアクターなど、さまざまなプロセスへの展開が期待されている^{13), 14)}。

無機分離膜は大きく分けて、Fig. 9に示すように分離層と支持体の2つの構成要素からなる。実際の分離性能を担う部分が分離層であり、分離のメカニズムとして、分離対象の粒子のサイズの違いから膜の孔を通るものと通らないもので分離する分子篩機構や、粒子が膜に溶解するものとししないもので分離する溶解拡散機構などがある。分離層としてはゼオライト膜やシリカ膜、パラジウム膜、カーボン膜、MOF (Metal-Organic Framework) 膜などが用いられているが、高い分離性能を発現するためには、いずれも緻密な膜を形成することが重要となる¹⁴⁾。

一方、支持体は緻密で薄い分離層を支える部分であり、材料としては主にアルミナが使用される。支持体はさらに基材と中間層に分類することができる。

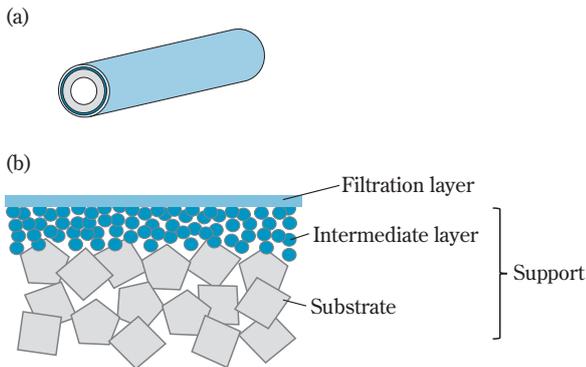


Fig. 9 Structure of inorganic separation membrane
 (a) Typical image of overall view
 (b) Image of cross section near surface region

分離層を形成するためには、支持体最表面の平滑性を高めるために細孔が小さい必要がある。一方で、分離膜としての透過性能を向上させるためには、基材の細孔径が大きい方がよい。この2つの要求を両立させるために必要なものが中間層であり、細孔径の大きな基材の上に、細孔径が小さく、薄い中間層を積層して支持体とすることで、基材の高透過性能を維持しつつ、分離層の製膜性を向上させることができる。我々は、当社のアルミナ粉末を使って中間層を作製することで、小さな細孔径でありながら高い透過性能を示す支持体の開発を検討した。

中間層は、粒子を分散させたスラリーを基材に塗布し、乾燥、焼成することで作製することができる。中間層の細孔径を小さくするためには、小さな粒子を基材に塗布すればよい。しかしながら、基材の細孔径が大きい場合には、積層する際に基材の孔に粒子が入り込んでしまうため、薄膜での積層が困難であるといった課題があった。そこで当社では、独自の手法を開発することで、アルミナ粉末を平均細孔径15 μm の基材の上に直接積層する技術を開発した。

Fig. 10に開発品の断面SEM画像を示す。これを見ると、細孔の大きな多孔質基材の表面に、厚さ10~20 μm の中間層が積層されており、しかも中間層の表面は凹凸が殆どなく平滑であることが分かる。通常は中間層の上に分離層を積層するが、中間層の表面が平滑でない場合、緻密な分離層の作製は困難となる。現在、当社で開発した中間層の上に分離層を作製する検討も行っており、今後、分離層に見合った中間層の開発も進めていく。

開発した支持体のガス透過性能を調べたところ、中間層の細孔径は0.3~0.4 μm と小さい値でありながら、透過性能は $1 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}$ という高い値を示した。この値は**Fig. 11**に示す通り、市販の支持

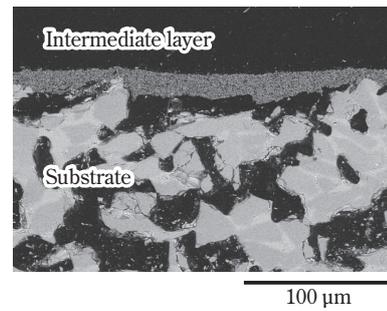


Fig. 10 SEM image of cross section over support surface region

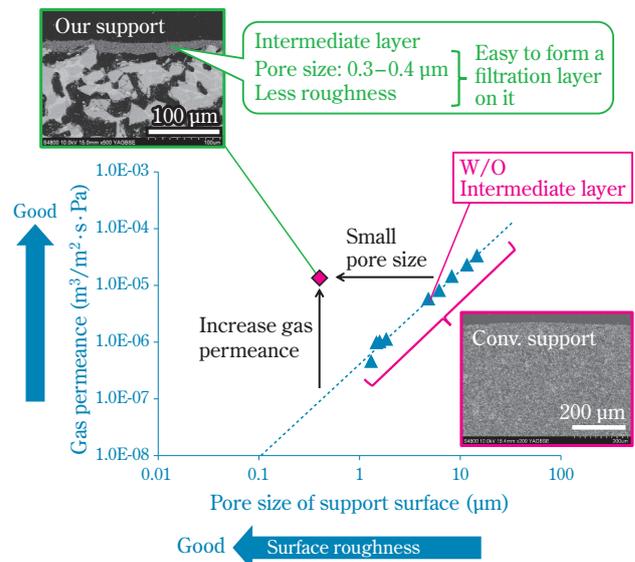


Fig. 11 Relationship between permeance and pore size of support surface

体と比べて2桁程度高いことが分かった。高い透過性能を示した要因としては、中間層と基材の細孔径の比が30倍以上と大きいにもかかわらず、直接積層することが可能となったことや、中間層が基材に入り込まない特徴的な構造を持つために薄い中間層を積層できたことが考えられる。さらに先行研究から、ここで用いた当社のアルミナ粉末は、その特徴的な粒子形状によって塗膜にした際に高い透過性能を示すことが分かっており¹⁵⁾、アルミナ粒子の特徴と積層技術を掛け合わせるにより、高透過性能を示す支持体を作製することができたと考えられる。

複合酸化物への展開

ガラス、単結晶、ポリマーなどに代表される透明材料は、窓材や光学材料など産業用途、民生用途問わず広く利用されている。透明材料は、光の散乱や

吸収が少ない単結晶やアモルファス構造を持つ材料が主流であるが、近年、高い透明性を有し、強度の高い透明セラミックスが注目されている¹⁶⁾。既に光学材料、高強度の透明窓材などに実用されており、今後は産業用途、民生用途を問わず広く使われていく材料であると考えられる。本材料は、米国や欧州、イスラエルなど海外が先行しているが、日本でもJFCA（一般社団法人日本ファインセラミックス協会）の中にオプトセラミックスの研究会が立ち上がり、今後国内でも注目されていくと思われる。

多結晶体であるセラミックスを透明化するには、焼結組織の緻密化や微細化が必要となり、これらを実現するには原料粉末の物性が非常に重要となる。アルミニウムを含む複合酸化物からなる透明セラミックスも数多く実用化されており、例えばAION、YAG ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$)、マグネシアスピネル (MgAl_2O_4) などが知られている。中でもマグネシアスピネルはアルミニウム源とマグネシウム源を混合後、大気焼成するだけで調製可能であり、原料に窒化アルミ (AlN) を必要とするAIONや、YAM ($2\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) やYAP ($\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) など組成の近い結晶組成を多数有するYAGと比較すると、合成が容易な複合酸化物である。また、マグネシアスピネルは立方晶であるため、HIP焼結などでも透明セラミックスが得られやすい原料であり¹⁷⁾、スピネルの透明体はサファイアと比較して赤外線透過性が高く、アクティブセンサーの窓材など、新たな高強度透明材としての利用が期待されている。

透明セラミックス用途の原料には、粒度分布や比表面積などの粉体物性が重要となるが、併せて光吸収により着色の原因となるFeなどの不要な元素を含有しない高純度なスピネル粉末を作製する必要がある。単純な工程とはいえ、混合・粉碎の際の装置や容器の材質からのコンタミを防ぐことは容易ではないが、当社では高純度アルミナの製造において培った知見があり、スピネル粉末においても各種不純物元素を10 ppm以下に押さえることが可能である。実際に、当社の高純度アルミナを用いてマグネシアスピネルを調製し、チョクラルスキー法により単結晶を作製したところ、高い透明性を有するマグネシアスピネルの単結晶が得られた。Fig. 12にマグネシアスピネル粉末のXRD (X線回折) パターン、Fig. 13にスピネルスピネルの単結晶を示す。Fig. 12より単結晶の原料として用いた粉末は、スピネル結晶の単相であることが分かった。また単結晶は無色で非常に透明性の高いものが得られた。

当社ではこれまでに、高純度アルミナをベースとする微粉末、成型体、顆粒粉末などさまざまな形状に粒子をコントロールする技術を構築してきた。ア

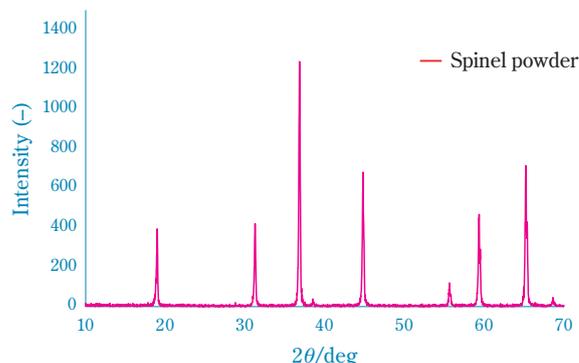


Fig. 12 XRD pattern of spinel powder



Fig. 13 Image of spinel single crystal

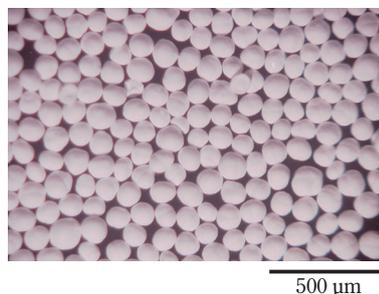


Fig. 14 Image of spinel granules

ルミナやマグネシアスピネルに限らず、原料粉末はアプリケーションにより求められる性状が異なり、例えば流動性が求められる用途については顆粒状の粉末が好まれる。前述の粒子形状をコントロールする技術をマグネシアスピネル粉末に応用し、Fig. 14のように粒径の揃った顆粒を作製することも可能である。

高純度アルミナの製造技術にて培ってきた高純度化や粒子形状をコントロールする技術は他の複合酸化物においても応用できる技術であり、今後は透明性セラミックス用途の超微粉末作製技術を構築していく予定である。

引用文献

- 1) 橋本 忠紀 ほか, 住友化学, 特集号 1980-II, 59 (1980).
- 2) 風間 聡一, セラミックス, 17 (9), 764 (1982).
- 3) 加藤 修三, ファインセラミックス, 4, 100 (1983).
- 4) 石橋 渡 ほか, セラミックス, 6 (6), 461 (1971).
- 5) 加藤 昭夫 ほか, 材料, 21, 540 (1972).
- 6) P. S. Behera *et al.*, *Interceram*, 65, 10 (2016).
- 7) 武藤 浩之 ほか, 粉体および粉体冶金, 54 (12), 839 (2007).
- 8) N. Hezil and M. Fellah, *J. Aust. Ceram. Soc.*, 55, 1167 (2019).
- 9) S. N. S. Mohamad *et al.*, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 701, 012034 (2019).
- 10) 内田 義男 ほか, FC レポート, 24 (4), 153 (2006).
- 11) 清口 正夫, “2019年 熱制御・放熱部材市場の現状と新用途展開”, 富士経済 (2019), p. 223.
- 12) 住友化学(株), 特願2018-244647.
- 13) D. S. Sholl and R. P. Lively, *Nature*, 532, 435 (2016).
- 14) 喜多 英敏 監修, “エネルギー・化学プロセスにおける膜分離技術”, S&T出版 (2014).
- 15) 住友化学(株), JP 5362132 B2 (2013).
- 16) 森田 孝治, FC レポート, 37 (4), 139 (2019).
- 17) M. Sokol *et al.*, *Adv. Mater.*, 30, 1706283 (2018).

PROFILE



坂元 俊介
Shunsuke SAKAMOTO

住友化学株式会社
エネルギー・機能材料研究所
研究員



榊 祥太
Shota SAKAKI

住友化学株式会社
エネルギー・機能材料研究所
研究員
博士 (工学)



梶野 哲平
Teppei KAJINO

住友化学株式会社
エネルギー・機能材料研究所
研究員



酒谷 能彰
Yoshiaki SAKATANI

住友化学株式会社
エネルギー・機能材料研究所
グループマネージャー
博士 (理学)



奈須 義総
Tomomichi NASU

住友化学株式会社
エネルギー・機能材料研究所
研究員
博士 (理学)