(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2004-244281
(P2004-244281A)
(43)公開日　平成16年9月2日(2004.9.2)

(51)Int.Cl.[7]	F I		テーマコード（参考）
C30B 29/62	C30B 29/62	H	4G077
C01B 35/12	C01B 35/12	C	

審査請求 有　請求項の数 4　OL　（全 6 頁）

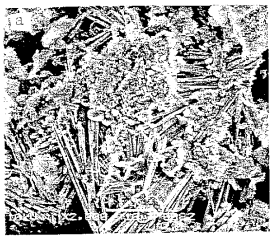
(21)出願番号　特願2003-37379(P2003-37379)
(22)出願日　平成15年2月14日(2003.2.14)

特許法第３０条第１項適用申請有り

(71)出願人　301023238
独立行政法人物質・材料研究機構
茨城県つくば市千現一丁目２番１号
(72)発明者　板東　義雄
茨城県つくば市千現一丁目２番１号
独立行政法人物質・材料研究機構内
(72)発明者　ルンチィ・マ
茨城県つくば市千現一丁目２番１号
独立行政法人物質・材料研究機構内
(72)発明者　佐藤　忠夫
茨城県つくば市千現一丁目２番１号
独立行政法人物質・材料研究機構内
最終頁に続く

(54)【発明の名称】中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとその製造方法

(57)【要約】　（修正有）
【課題】複合材料、化学材料及び断熱材料、ろ過器のフィルター等への適用が期待される、新規な中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーを提供する。
【解決手段】$NaBH_4$を溶かしたメタノール液を含浸したAl_2O_3粉末を室温で乾燥させ、前記粉末に$NiCl_2$水溶液と$NaBH_4$水溶液を注ぎ、得られた沈殿物をアンモニア水、メタノールの順で洗浄後、水素気流中で１００～２００℃で加熱処理し、更に窒素気流又は窒素と水素の混合気流中で９５０～１２００℃で加熱処理する。
【選択図】　図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
中空状であり、ホウ酸アルミニウム（$Al_{18}B_4O_{33}$）の単結晶ウイスカーであることを特徴とする中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカー。
【請求項２】
長さが１０～５０μｍ、外径が１～５μｍ、内径が０．１～０．８μｍである請求項１記載の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカー。
【請求項３】
１本又は２～２０本の束となっている請求項１又は２記載の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカー。
【請求項４】
$NaBH_4$を溶かしたメタノール液をAl_2O_3粉末に含浸させる工程と、粉末を室温で乾燥させた後に、この粉末に$NiCl_2$水溶液と$NaBH_4$水溶液を注ぐ工程と、ここまでの工程で得られた沈殿物をアンモニア水、メタノールの順に洗浄する工程と、洗浄後の粉末を水素気流中で１００～２００℃で加熱処理する工程と、その後粉末を窒素気流中又は窒素と水素の混合気流中で９５０～１２００℃の温度範囲で加熱処理する工程とを含むことを特徴とする中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
この出願の発明は、中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとその製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、複合材料、化学材料及び断熱材料、ろ過器のフィルター等への適用が期待される、新規な中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとその製造方法に関するものである。
【０００２】
【従来の技術とその課題】
ホウ酸アルミニウムは、弾性率及び引張強度が高く、耐腐食、耐熱特性に優れたセラミックスであり、構造材、光電子材料、摩擦材料への利用が注目されている。とりわけホウ酸アルミニウムのウイスカーは、金属マトリックス複合材料の補強材として検討が行われている。
【０００３】
また、B_2O_3、Al_2O_3及びSiO_2を含む酸化物フィルムの中に正方形若しくは四辺形断面を有する中空結晶が見出され、後にその結晶がホウ酸アルミニウムであると同定された（たとえば、非特許文献１参照）。
【０００４】
最近では、ホウ酸アルミニウム－鉄ナノ複合物が合成され、その磁気特性が研究されている（たとえば、非特許文献２参照）。
【０００５】
この出願の発明は、これまでに実現されていない中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとその製造方法を提供することを解決すべき課題としている。
【０００６】
【非特許文献１】
Ｇｏｇｏｔｓｉ外，Ｊ．Ｍａｔｅｒ．Ｓｃｉ．Ｌｅｔｔ．，１９９２年，第１１巻，ｐ．３０８
【非特許文献２】
Ｇｕｇｇｉｌｌａ外，Ｍａｔｅｒ．Ｓｃｉ．＆Ｅｎｇ．Ｂ，１９９６年，第４０巻，ｐ．１９１
【０００７】
【課題を解決するための手段】
この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、中空状であり、ホウ酸アルミニウ

ム（$Al_{18}B_4O_{33}$）の単結晶ウイスカーであることを特徴とする中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーを提供する（請求項１）。

【０００８】

また、この出願の発明は、請求項１記載の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーに関し、長さが１０～５０μｍ、外径が１～５μｍ、内径が０．１～０．８μｍであること（請求項２）、１本又は２～２０本の束となっていること（請求項３）をそれぞれ提供する。

【０００９】

さらに、この出願の発明は、$NaBH_4$を溶かしたメタノール液をAl_2O_3粉末に含浸させる工程と、粉末を室温で乾燥させた後に、この粉末に$NiCl_2$水溶液と$NaBH_4$水溶液を注ぐ工程と、ここまでの工程で得られた沈殿物をアンモニア水、メタノールの順に洗浄する工程と、洗浄後の粉末を水素気流中で１００～２００℃で加熱処理する工程と、その後粉末を窒素気流中又は窒素と水素の混合気流中で９５０～１２００℃の温度範囲で加熱処理する工程とを含むことを特徴とする中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーの製造方法を提供する（請求項４）。

【００１０】

以下、実施例を示しつつ、この出願の発明の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとその製造方法についてさらに詳しく説明する。

【００１１】

【発明の実施の形態】

この出願の発明の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーは、中空状であり、ホウ酸アルミニウム（$Al_{18}B_4O_{33}$）の単結晶ウイスカーである。

【００１２】

具体的には、長さが１０～５０μｍ、外径が１～５μｍ、内径が０．１～０．８μｍの中空状のウイスカーである。また、１本ずつの繊維状ばかりでなく、２本から２０本の束となったものも含まれる。

【００１３】

このような中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーは、酸化物であることから大気中において高温でも安定である。また、中空状であることから表面積が大きく、種々の化学種を吸着させることが可能であり、ろ過器のフィルターとしての適用が期待される。さらに、種々のガス又は薬品等のセンサーとしても適用が期待される。

【００１４】

この出願の発明の中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーを製造する際には、$NaBH_4$を溶かしたメタノール液をAl_2O_3粉末に含浸させ、粉末を室温で乾燥させた後に、この粉末に$NiCl_2$水溶液と$NaBH_4$水溶液を注ぐ。そして、ここまでの工程で得られた沈殿物をアンモニア水、メタノールの順に洗浄し、洗浄後の粉末を水素気流中で１００～２００℃の温度範囲で加熱処理した後、粉末を窒素気流中又は窒素と水素の混合気流中で９５０～１２００℃の温度範囲で加熱処理する。

【００１５】

上記の製造方法において、$NaBH_4$はホウ素の原料として用いられ、$NiCl_2$の存在を介しての処理により酸化され、水素が離脱してホウ酸若しくは酸化ホウ素が生成する。次いで酸化アルミニウムとホウ酸若しくは酸化ホウ素が、水素気流中で１００～２００℃の温度範囲で反応し、非晶質のホウ酸アルミニウムが生成する。この非晶質のホウ酸アルミニウムは、窒素気流中又は窒素と水素の混合気流中で９５０～１２００℃の温度範囲での加熱処理により中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーとなる。

【００１６】

【実施例】

５ｇのAl_2O_3粉末を、$NaBH_4$を溶かしたメタノール液に約２時間浸した。この後、室温で乾燥させ、この粉末の入った容器の内容物を攪拌しながら、２ｍｏｌ，１５ｍｌの$NiCl_2$水溶液と０．５ｍｏｌ，２０ｍｌの$NaBH_4$水溶液を徐々に滴下し、得ら

れた沈殿物を最初アンモニア水で洗浄し、次いでメタノール洗浄し、これを数回行った。そして、沈殿物を水素気流中で１５０℃、８時間加熱処理した。明るい緑色の非晶質のホウ酸アルミニウムが得られた。

【００１７】

得られた非晶質のホウ酸アルミニウムを、アルミナ管を用いた管状炉において窒素気流中で１０５０℃、１時間加熱処理した。生成物は黒色となり、Ｘ線構造解析の結果、斜方晶のホウ酸アルミニウム結晶と立方晶のニッケルであることが判明した。

【００１８】

得られた生成物を走査型電子顕微鏡で観察した結果、太さがほぼ１μｍの繊維状の結晶であることが確認された（図１ａ）。倍率を拡大して観察したところ、繊維状の結晶は中空であり、外径が１～５μｍ、内径が０．１～０．８μｍで、壁の厚さは２００～４５０ｎｍであった。長さは１０～５０μｍであった。また、単独で存在する結晶の他に、２～２０本が束になったものも存在していることが観察された（図１ｂ）。

【００１９】

電子ネルギー損失スペクトルメーターを付属した高分解能透過型電子顕微鏡を用いて測定した結果、中空繊維状の結晶の組成はアルミニウム、ボロン及び酸素であり（図２）、単結晶であることが確認された。

【００２０】

【発明の効果】

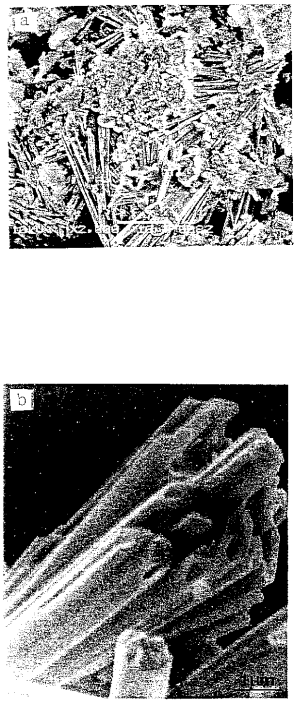
以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、新規な中空状のホウ酸アルミニウムの単結晶ウイスカーが提供される。複合材料、化学材料及び断熱材料、ろ過器のフィルター等への適用が見込まれる。

【図面の簡単な説明】

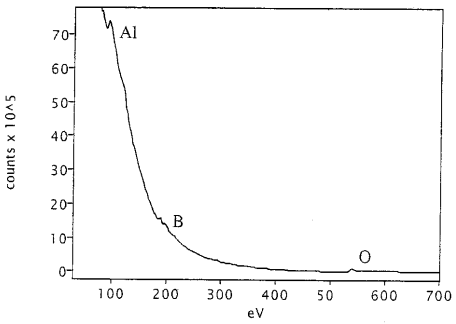
【図１】実施例１で得られた生成物の走査型電子顕微鏡像である。ａは低倍率のもので、ｂは高倍率のものである。

【図２】実施例１で得られた生成物の電子エネルギー損失分光法による組成分析結果を示した図である。

【図１】


a
b

【図２】


Al
B
O
counts x 10^5
70
60
50
40
30
20
10
0
100
200
300
400
50
600
700
eV

フロントページの続き

Ｆターム(参考) 4G077 AA04 AB09 AB10 BD06 CA04 CA08 HA20 JB02