

ナノバブル発生用ポーラスアルミナフィルタの構造均一性

Structural homogeneity of a porous alumina nanobubble generation filter

佐藤 巧征¹⁾
指導教員 木村 康男¹⁾

1) 東京工科大学大学院 サステイナブル工学専攻 複合ナノデバイス研究室

キーワード：ナノバブル, 陽極酸化, ナノ構造, 自己組織化

1. 背景・目的

近年、環境負荷の小さい洗浄方法が探索されている。泡の直径が $1\mu\text{m}$ 未満であるナノバブルは長寿命であり[1]、単位体積あたりのエネルギーが大きい[2, 3]、洗剤を用いない新たな洗浄方法の応用として期待されている。サイズの均一なナノバブルを効率よく発生させるためには、均一な孔径のフィルタを用いる手法が有効であると考えられる。アルミニウム(Al)の陽極酸化によって作製されるポーラスアルミナは、均一な孔径のナノホールアレイ構造を有することが知られているが[4, 5]、それをフィルタとして用いることにより、均一なナノバブル発生が可能であると考えられる。図 1 のように Al の一部を陽極酸化してポーラスアルミナフィルタを作製する場合、エッジが存在するためエッジ付近とフィルタ中心付近とは陽極酸化過程が異なり、その構造が異なる可能性がある。したがって、均一な孔径を有するポーラスアルミナフィルタを形成するためには、その構造に及ぼすエッジの影響を調べ制御する必要があると考えら

る。一方、Al の陽極酸化初期過程においては不規則な構造をしており、陽極酸化が進行するにつれて規則的な構造が自己組織的に形成することが知られている[4, 5]、そこで、本研究では、ポーラスアルミナの形成場であるバリア層一つ一つの面積から最終的に形成したポーラスアルミナの孔径の直径分布を見積もることにより、ポーラスアルミナの構造に及ぼすエッジの影響について調べた。

2. 実験

2-1 Al シートの作製

Al の陽極酸化領域を制限するために $\phi 5$ の貫通孔を開けたラミネートフィルム(厚さ $350\mu\text{m}$)で Al シート(厚さ $60\mu\text{m}$ 、純度 99.5%以上)を挟みこんだ資料を用意した。ただし、片面にはワックスを塗布することで片面のみから陽極酸化を行った(図 2)。

2-2 陽極酸化

電解液としてリン酸水溶液(0.3M)を用いた。周囲及び電解液の温度を 4°C に保ち、図 2 に示すように、対極としてステンレスを用いて陽極酸化電

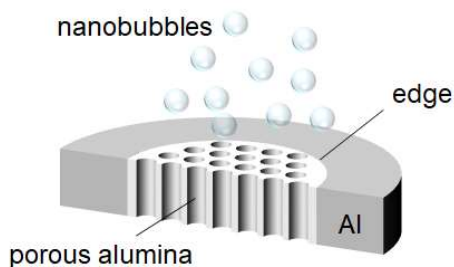


図 1. ナノバブル発生用ポーラスアルミナフィルタ

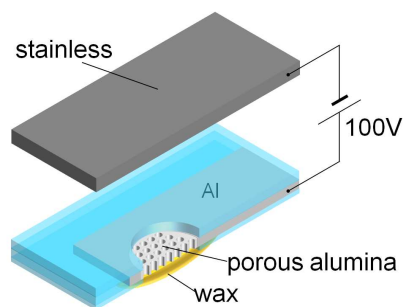


図 2. Al の陽極酸化

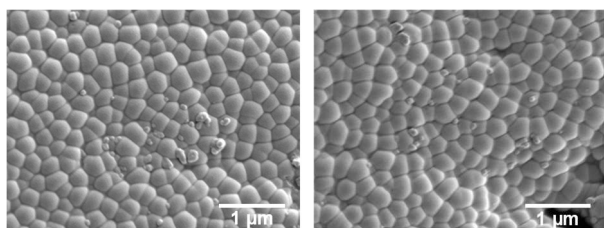
圧 100V で陽極酸化を行った。

2-3. 試料の観察及びカラム直径分布の測定

ワックスを 70°Cでの 2-プロパノールで除去し、塩酸(35%)に 10 分浸し Al の残渣を除去した。走査型電子顕微鏡(FE-SEM)を用いて形成したポーラスアルミナのバリア層を観察した。その FE-SEM[像から、オープンソースの画像処理ソフトウェアである ImageJ を用いて各カラムのバリア層の面積を抽出し、その平方根からポーラスアルミナのカラムの直径を見積もった。

3. 結果及び考察

図 3 に(a) 中心付近及び(b)エッジ付近の陽極酸化ポーラスアルミナのバリア層の FE-SEM 像を示す。半球状の構造が並んでおり、バリア層が実際に形成していることがわかる。図 3 から、(a) 中心付近及び(b) エッジ付近を比較すると、エッジ付近では中止付近に比べて小さいバリア層が目立つことがわかる。図 4 に抽出したバリア層の面積から見積もられたポーラスアルミナ膜の中心付近及びエッジ付近のカラムの直径分布を示す。図 4 から、およそ 300nm を超えるような大きな直径のカラムの個数は場所を問わず直径が大きくなるとともに急激に減少していることがわかる。一方、カラムの直径が小さい場合、中心付近のカラムの多くは、直径が約 250nm であるのに対し、エッジ付近では、直径の小さい方に広くテールを引いた分布をしている。つまり、エッジ付近は中心付近と比べて小さな直径のカラムが多く均一性が乱れているといえる。これは、エッジ付近が中心付近に比べてポーラスアルミナ形成速度が速いことが関係している



(a) 中心付近

(b)エッジ付近

図 3. (a) 中心付近及び(b)エッジ付近の陽極酸化ポーラスアルミナ膜のバリア層の FE-SEM 像。

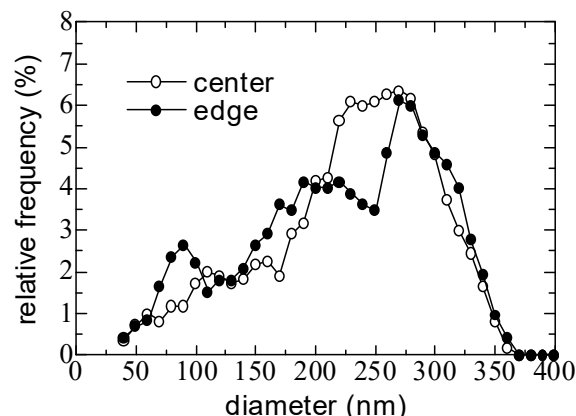


図 4. ポーラスアルミナ膜の中心付近及びエッジ付近のカラムの直径分布

考えられる。ポーラスアルミナ形成過程において応力が重要な役割を果たしているといわれているが[5]、中心方向にも外側方向にも成長可能なエッジ付近と成長領域が限定された中心付近とは応力分布が異なることが考えられる。これによって、均一性に差異が生じた可能性があると考えられる。

4. まとめ

領域が制限された陽極酸化によって形成したポーラスアルミナ膜のバリア層を FE-SEM で観察することにより、ポーラスアルミナの構造に及ぼすエッジの影響を調べた。その結果、エッジ付近においてサイズの小さなカラムが形成しやすく、均一性が乱れることがわかった。

参考文献

1. A. Agarwal, W. J. Ng and Y. Liu, *Chemosphere* **84** (2011) 1175-1180.
2. E. Duval, S. Adichtchev, S. Sirotkin and A. Mermert, *Phys. Chem. Chem. Phys* **14** (2012) 4125-4132.
3. T. Ma, Y. Kimura, H. Yamamoto, X. Feng, A. Hirano-Iwata, M. Niwano, *J. Phys. Chem. B* **124** (2020) 5067-5072.
4. H. Masuda, T. Yanagishita, K. Nishio, *Hyomen Kagaku* **25** (2004) 260-264[in Japanese]
5. A. P. Li, F. Muller, A. Birner, K. Nielsch, U. Gosele, *J. Appl. Phys.* **84** (1998) 6023-6026.