

平成 25 年度研究助成報告（兼、終了報告）

研究題名	量産化を視野に入れた変調誘導熱プラズマへの原料同期供給によるナノ粒子の大量生成法の開発
研究期間	2012 年 4 月 1 日 ～ 2014 年 3 月 31 日
研究機関・所属 研究者名	金沢大学・電子情報学系 田中康規

1. 平成 25 年度研究成果の概要

平成 25 年度においては、前年度に生成した TiO_2 ナノ粒子におけるアナターゼ型 TiO_2 の質量分率が 30%程度であるため、それを改善する手法として、クエンチングガス種 Ar , O_2 , Ar/O_2 などを変更することを行った。その結果、酸素をクエンチングガスとして用いた場合には、アナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子の質量分率を 70%まで向上できることを XRD 分析から確認した。一般にアナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子は、酸素リッチ場において生成されるといわれており、そのことが本手法についてもあてはまることが分かった。これによりアナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子を 20kW の電力により 350 g/h 程度で生成できていることを確認した。また一方で機能性を加えたナノ粒子を大量に合成できるのかを検討するために、金属イオンドープの TiO_2 ナノ粒子生成にも着手した。その結果、開発しているパルス変調誘導熱プラズマを用いた手法により、Al ドープ TiO_2 ナノ粒子も大量に生成できることを確認した。

2. 助成期間内での研究成果の概要

本研究では、ナノ粒子の「量産化」を視野に入れて、申請者らが独自開発した「変動制御型熱プラズマ PMITP」に、「原料を間歇投入する手法」を同期させることで、大量の原料(>10~20 g/min)を高効率に蒸発・蒸気急冷を行う新ナノ粒子生成法を開発・確立することが目的である。

本研究では、同新手法におけるナノ粒子生成量限界を探るとともに、大量生成時のナノ粒子生成量の数値、アナターゼ相・ルチル相 TiO_2 の割合や、粒径および粒径度数分布の詳細把握に主眼を置いた。その結果、20kW の PMITP に対して 12 g/min の原料供給を行った場合には、PMITP は消滅せずに維持できていた。さらに生成粒子の分析を行ったところ、SEM, BET 法から平均粒径 40-50nm 程度のナノ粒子が全生成粒子の 90%以上の割合で生成されることを確認できた。生成粒子の XRD 分析から原料の Ti ピークは見られず、原料は完全に蒸発されかつ酸化されていることも判明した。XRD の出現ピークはすべて TiO_2 由来であり、この結果からアナターゼ型 TiO_2 は 30wt%であることがわかった。この場合、100 nm 以下のナノ粒子は 500 g/h のレートで極めて大量に生成できていることを確認できた。この数値は従来の熱プラズマ法での生成レートの 5-8 倍程度である。さらに原料供給量を多くして 23 g/min としたところ、生成粒子の XRD に Ti ピークが現れ、原料 Ti が完全蒸発・酸化できていないことがわかった。酸素をクエンチングガスに用いた場合には、アナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子の質量分率を 70%まで向上できることを XRD 分析から確認した。一般にアナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子は、酸素リッチ場において生成されるといわれており、そのことが本手法についてもあてはまることが分かった。これによりアナターゼ型 TiO_2 ナノ粒子を 20kW の電力により 350 g/h 程度で生成できていることを確認した。また一方で機能性を加えたナノ粒子を大量に合成できるのかを検討するために、金属イオンドープの TiO_2 ナノ粒子生成にも着手した。その結果、開発しているパルス変調誘導熱プラズマを用いた手法により、Al および Fe ドープ TiO_2 ナノ粒子も大量に生成できることを確認した。

3. 研究発表

[1] 郭 韋萱, 兒玉直人, 田中康規, 上杉喜彦, 石島達夫, 渡辺 周, 中村圭太郎, 原料間歇同期導入型 Ar-O₂ 変調熱プラズマによる大量生成 TiO₂ ナノ粒子のクエンチングガス種依存性, 電気学会プラズマ研究会 PST-12-087, PPT-12-110, pp.11-16, 2012.12 (6pp)

[2] 兒玉直人, 郭 韋萱, 田中康規, 上杉喜彦, 石島達夫, 渡辺 周, 中村圭太郎, Ar-O₂ 変調誘導熱プラズマを用いた Al-doped TiO₂ ナノ粒子大量生成時における変調およびクエンチングガス導入効果, 電気学会全国大会 1-213, 2013.3

[3] Y. Tanaka, W. Guo, N. Kodama, Y. Uesugi, T. Ishijima, S. Watanabe, K. Nakamura, A Novel Approach for Large Amount Synthesis of TiO₂ Nanopowder using Modulated Induction Thermal Plasmas with Time-Controlled Feeding of Feedstock -Effect of Quenching Gas Conditions-, Int. Symp. Plasma Chem. ISPC-21, No.52(4pp), 2013.08