

F308

レーザーオープン法による酸化物ナノ粒子の合成

(金沢大工) ○(学)辻 将之*, (学)古川 拓磨, (正)瀬戸 章文, (正)大谷 吉生
(産総研) 古賀 健司

1. 緒言

ナノ粒子の気相合成法としてのレーザーアブレーション法は、高エネルギーのレーザー光をターゲット表面に照射し、蒸発・凝縮によりナノ粒子を生成する方法であり、不純物の混入を低減できるクリーンなプロセスであることが特徴である。酸素雰囲気下でのレーザーアブレーション法では、金属酸化物ナノ粒子を合成することも可能であるが、高温場での反応時間が短いため、均一な組成・結晶構造のナノ粒子を得ることは困難である。そこで、レーザーアブレーションと電気炉の複合化プロセスであるレーザーオープン法を用いることにより、ナノ粒子生成過程での温度場を制御し、ガスとの反応過程、粒子の成長過程を制御して、任意のサイズ、結晶性、形態を有するナノ粒子の合成を試みた。本研究では、Ti をターゲットとして、高温場酸素雰囲気下でのアブレーションにより、TiO₂ ナノ粒子の合成を行った。

2. 実験装置および方法

Fig.1 に TiO₂ ナノ粒子の合成装置を示す。キャリヤガスとして空気 (1.5 L/min) を用い、Nd:YAG レーザー ($\lambda=532$ nm, 10 Hz) を石英管内に設置した Ti ターゲットに照射することで、TiO₂ ナノ粒子の合成を行った。得られたエアロゾル状態の粒子を SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer; TSI 社製) に導入し、電気移動度径に基づく粒度分布を測定した。また、メンブレンフィルタ、電気集塵機により生成物を捕集し、それぞれ、SEM (Scanning Electron Microscope)、TEM (Transmission Electron Microscope) を用いて形状を観察した。実験条件として、電気炉温度 (25~1200°C)、レーザー強度 (0.20~0.70 W) を変化させ、合成粒子の形態に与える影響について検討した。

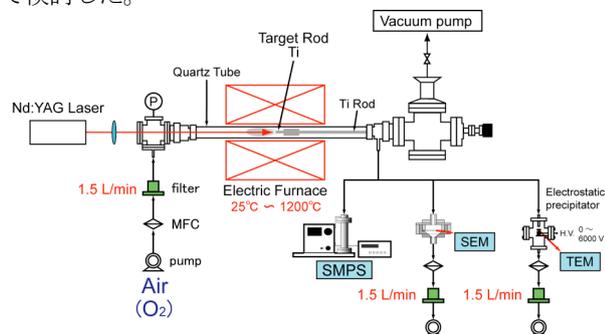


Fig.1 Experimental setup for synthesizing TiO₂ nanoparticles.

3. 実験結果および考察

まず、電気炉温度を室温から 1200°C に変化させて、レーザーアブレーションを行ったときの気相浮遊状態での TiO₂ ナノ粒子の粒度分布変化を Fig.2 に示す。電気炉温度が 600°C 未満では、粒子の熱泳動による粒子の沈着や凝集により、個数濃度が減少する傾向があるが、電気炉

温度が 600°C 以上では、逆に増加している。これは、Ti ターゲットのレーザー吸収率が変化したためであると考えられる。また、電気炉温度が 1200°C では、ピーク位置が大きく小粒径側へシフトした。SMPS による粒度分布計測では、粒径は凝集体の表面積に相関があることが分かっているので、この変化は、焼結による緻密化のためと考えられる。

次に、粒子の SEM 写真を Fig.3 に示す。電気炉温度を室温に設定して、実験を行ったときの合成粒子 (a) に比べて、電気炉温度を 1200°C に設定したとき (b) の方が、一次粒子径が大きくなっていることがわかる。Fig.3 より、一次粒子の幾何平均径を測定すると、それぞれ、10.5 nm、45.0 nm であった。これは、電気炉温度の上昇に伴って、粒子の焼結が起り、一次粒子径が増加したためと考えられる。この粒径は気相分散状態での結果 (Fig.2) とほぼ同じであるため、1200°C ではこれらの球形粒子が孤立状態で生成していると言える。

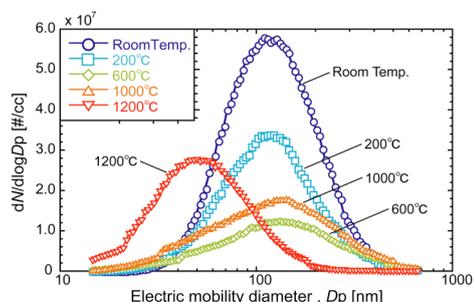


Fig.2 Size distribution of TiO₂ nanoparticles in gas phase.

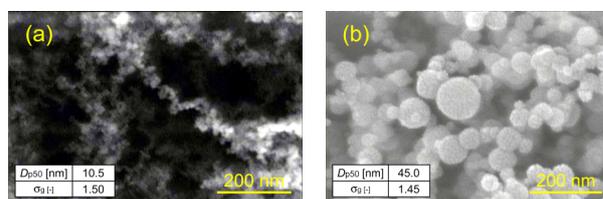


Fig.3 Scanning electron micrographs of TiO₂ nanoparticles generated with laser oven. Electric furnace temperature is (a) 25°C and (b) 1200°C.

4. 結言

レーザーオープン法によって、TiO₂ ナノ粒子の合成を行い、以下のことを明らかにした。1) 室温下では、一次粒子径 10.5 nm、凝集体の電気移動度径 117.6 nm の粒子が合成された。2) 雰囲気温度を 1200°C にすると、焼結により一次粒子径、電気移動度径ともに約 50 nm となり、単一球形粒子が孤立分散状態で生成されていることが分かった。

*Tel: 076-234-4815 Fax: 076-264-6239
e-mail: seto@t.kanazawa-u.ac.jp