

研究論文

TiO₂-SiO₂ 融液の急冷固化により得られる TiO₂ ナノドット組織形成と熱安定性

†上野俊吉*, 山田将平*, 岩野 寛*, 関野 徹**

Nano Scale Structure Formation and Thermal Stability of TiO₂ by Rapid Quenching of TiO₂-SiO₂ Melt

by

†Shunkichi UENO*, Shohei YAMADA*, Hiroshi IWANO* and Tohru SEKINO**

(Received Feb. 27, 2017; Accepted May 8, 2017)

Abstract

The nano-dots structure of TiO₂ was precipitated in SiO₂ glass during the rapid solidification of the liquid with 50 mol%TiO₂-SiO₂ composition. The thermal stabilities of the microstructure and phase stability of the TiO₂ nano-structure were examined at elevated temperatures. The Anatase phase did not transform into Rutile phase by a heat treatment at 1000°C. The size of the TiO₂ nano-dot was not change during the heat treatment. However, the number of the TiO₂ nano-dot increased by the heat treatment. The TiO₂ phase in the sample prepared under air atmosphere included Magneli phase and the Magneli phase easily transformed into Rutile phase by the heat treatment.

Keywords: TiO₂ nano-dot structure, Rutile phase, Anatase phase, Magneli phase, Thermal stability

1. 緒言

1000°C以上の高温でもルチル相へ相転移しないアナターゼのナノ粒子が創製できれば、セラミックス原料粉末と混合して焼結あるいはセラミックス基材に塗布して焼結させることで、セラミックスバルク表面に光触媒機能を付与させることができると期待される¹⁾。

SiO₂-TiO₂系の2元状態図²⁾では1780°C以上の高温において、20~90 mol%TiO₂の広い組成範囲でTiO₂の液相とSiO₂の液相が混在して共存する2液相状態が出現する(Fig.1)。状態図より、1780°Cでルチル相が晶出し、1550°Cでクリストバライト相が晶出することが判る。したがって、20から90 mol%TiO₂の組成物を溶融させた後、徐冷して凝固させると、安定相としてはルチル相とクリストバライト相の2

相からなるマクロな組織が得られると予想される。

一方、1780°C以上の2液相状態から急冷固化すると、2液相における相手方相の溶解度が2固相のそれとそれぞれ異なるため、TiO₂リッチの液相からは微細なSiO₂相が、SiO₂リッチの液相からは微細なTiO₂相が晶出すると期待される。状態図から、20 mol%TiO₂組成と8.5 mol%TiO₂の共晶組成の差に相当する量のTiO₂相がSiO₂相中に析出することが期待される。

本研究では、2液相状態からの急冷固化実験を試み、得られた試料の組織および相の熱安定性を調べた。

2. 実験

出発原料として、純度99.99%のTiO₂(高純度化学社製、平均粒径2 μm)および純度99.9%のSiO₂(高純度化学社製、平均粒径4 μm)粉末を用いた。これらをモル比で1:1となるよう秤量し、エタノール中で湿式混合してスラリーを得た。調製したスラリーを乾燥させ、水圧プレスで成型した後、大気中1200°Cで3時間焼結させ、φ5 mmの溶解原料棒を得た。原料棒の溶融および急冷固化は、光学式浮遊帯域溶融装置³⁾を用いて行った。集光加熱により原料棒を溶

平成29年2月27日受付

* 日本大学工学部：福島県郡山市田村町徳定字中河原1
TEL 024-956-8806 FAX 024-956-8862
ueno@chem.ce.nihon-u.ac.jp

College of Engineering, Nihon University: Tokusada,
Nakagawahara 1, Tamura-machi, Koriyama 963-8642, Japan

** 大阪大学産業科学研究所：大阪府茨木市美徳が丘8-1
The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka
University, Mihogaoka 8-1, Ibaraki, Osaka 567-0047, Japan

†：連絡先/Corresponding author