

高温高圧水中レーザーアブレーション によるチタニアナノ粒子の合成

プラズマ応用工学研究室

原田 真吾

研究の背景

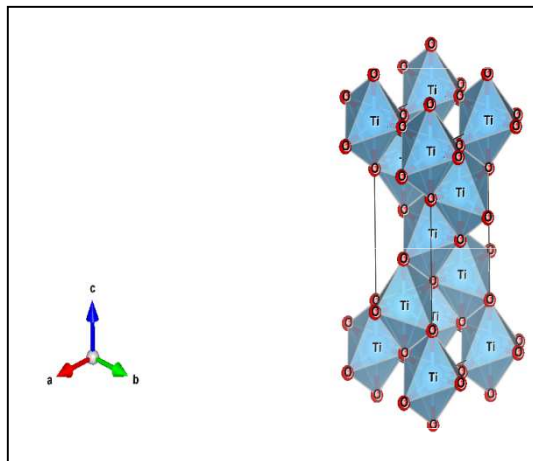
水中レーザーアブレーション

水中で固体ターゲットにレーザー光を照射すると、原子・分子が爆発的に放出される現象



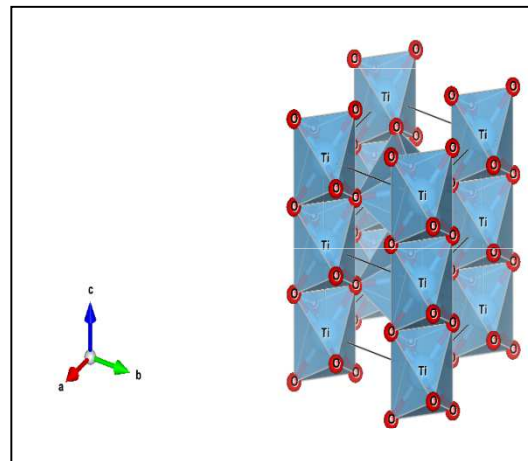
高温高压の反応場を形成し、結晶性の高いナノ物質が合成された

アナターゼ型



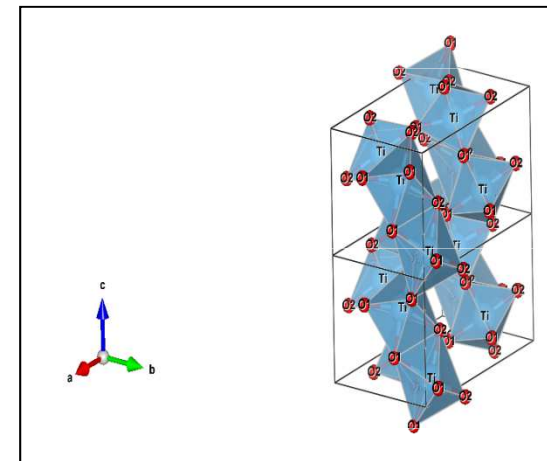
準安定相

ルチル型



安定相

ブルッカイト型



準安定相

ブルッカイト型は高温高压相なので、高温高压の反応場を利用することでブルッカイト型の合成に有効にはたらく可能性がある

研究の目的

ブルッカイト型チタニアの合成例はアナターゼ型とルチル型に比べて圧倒的に少なく、合成法の大半が化学的合成法である



ブルッカイト型チタニアの合成法が確立されれば、水とレーザーのみで合成できる環境性の高い魅力的な生成プロセスとなる



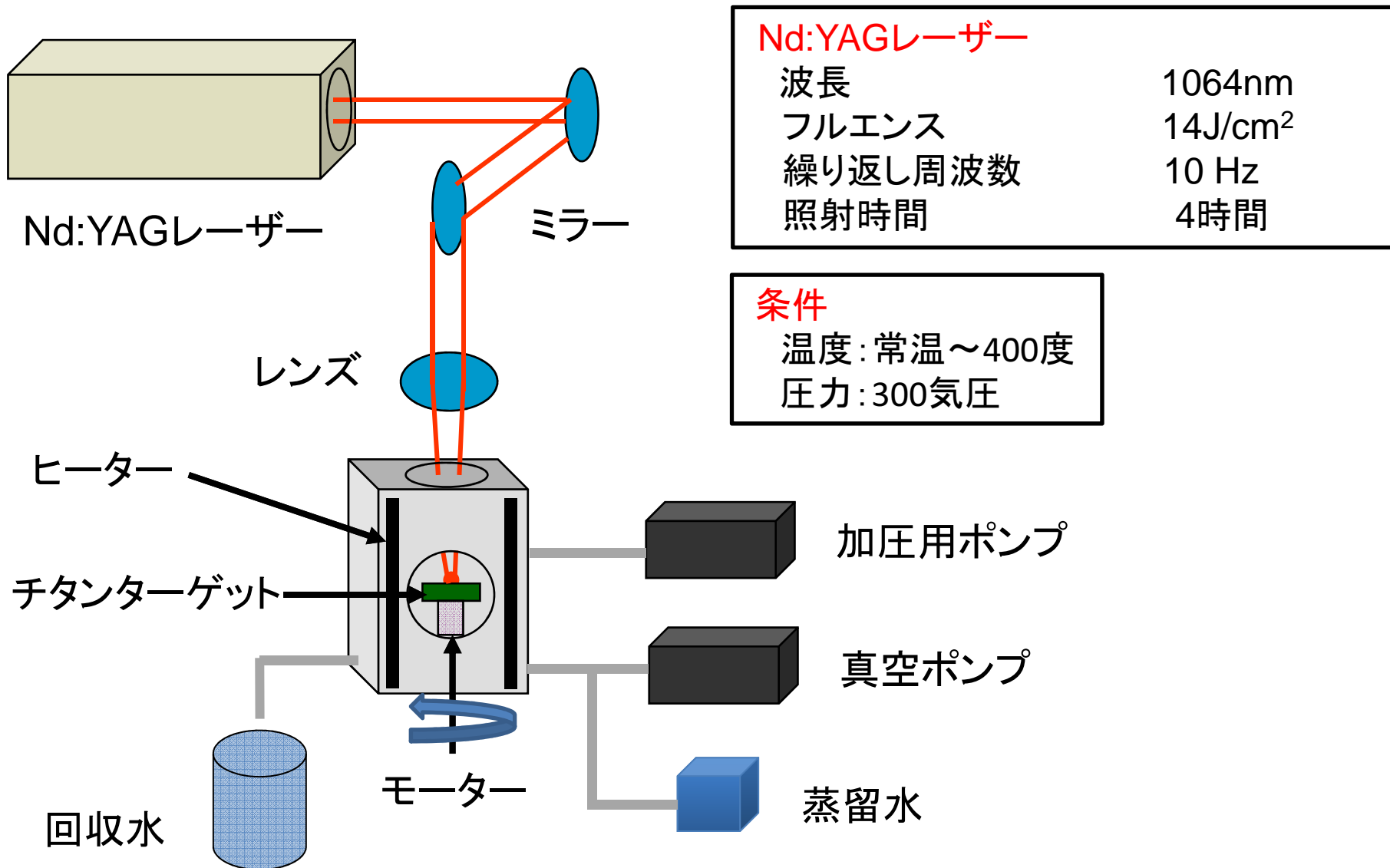
チタンターゲットを水中レーザーアブレーションすると、チタン表面にブルッカイト型の結晶構造を有するチタニア層が形成された



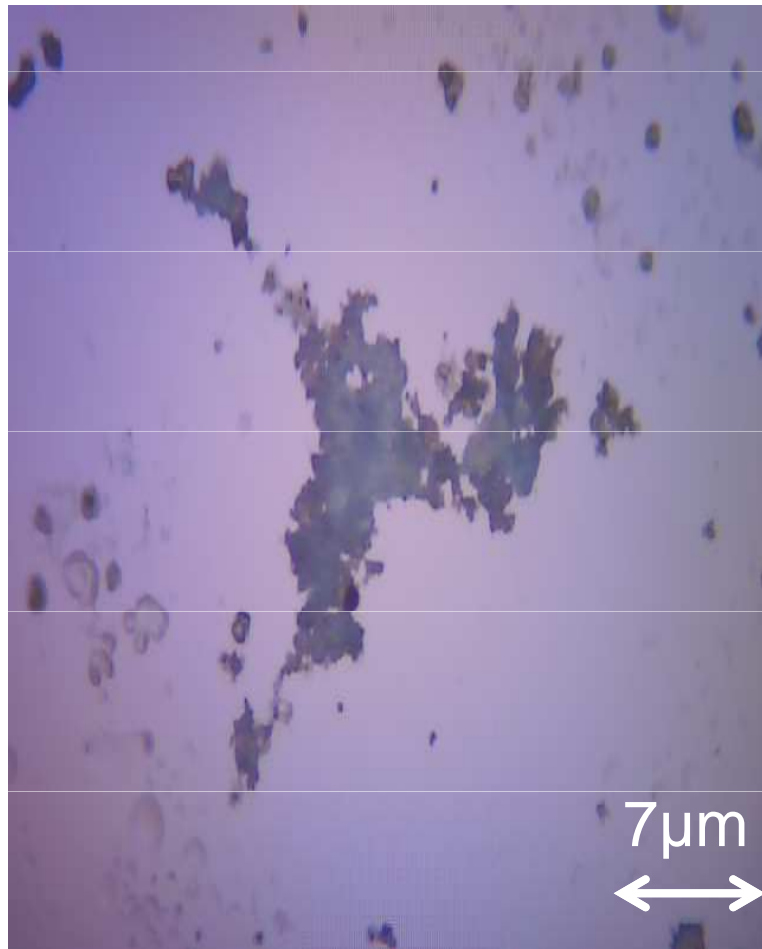
同時にチタニアのナノ粒子が合成される

合成されたチタニアナノ粒子の結晶構造を調べることで、ブルッカイト型チタニアの最適な合成条件を探索する

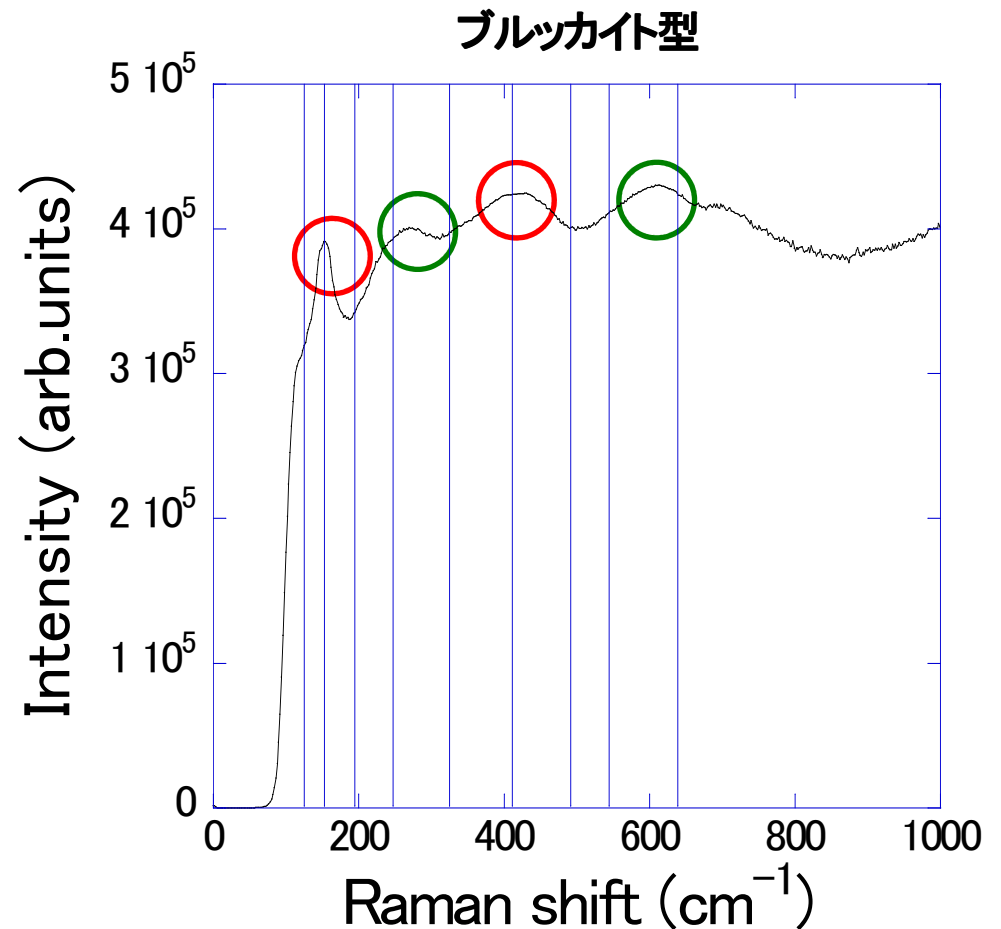
実験装置概略図



分析した試料とそのラマンスペクトル

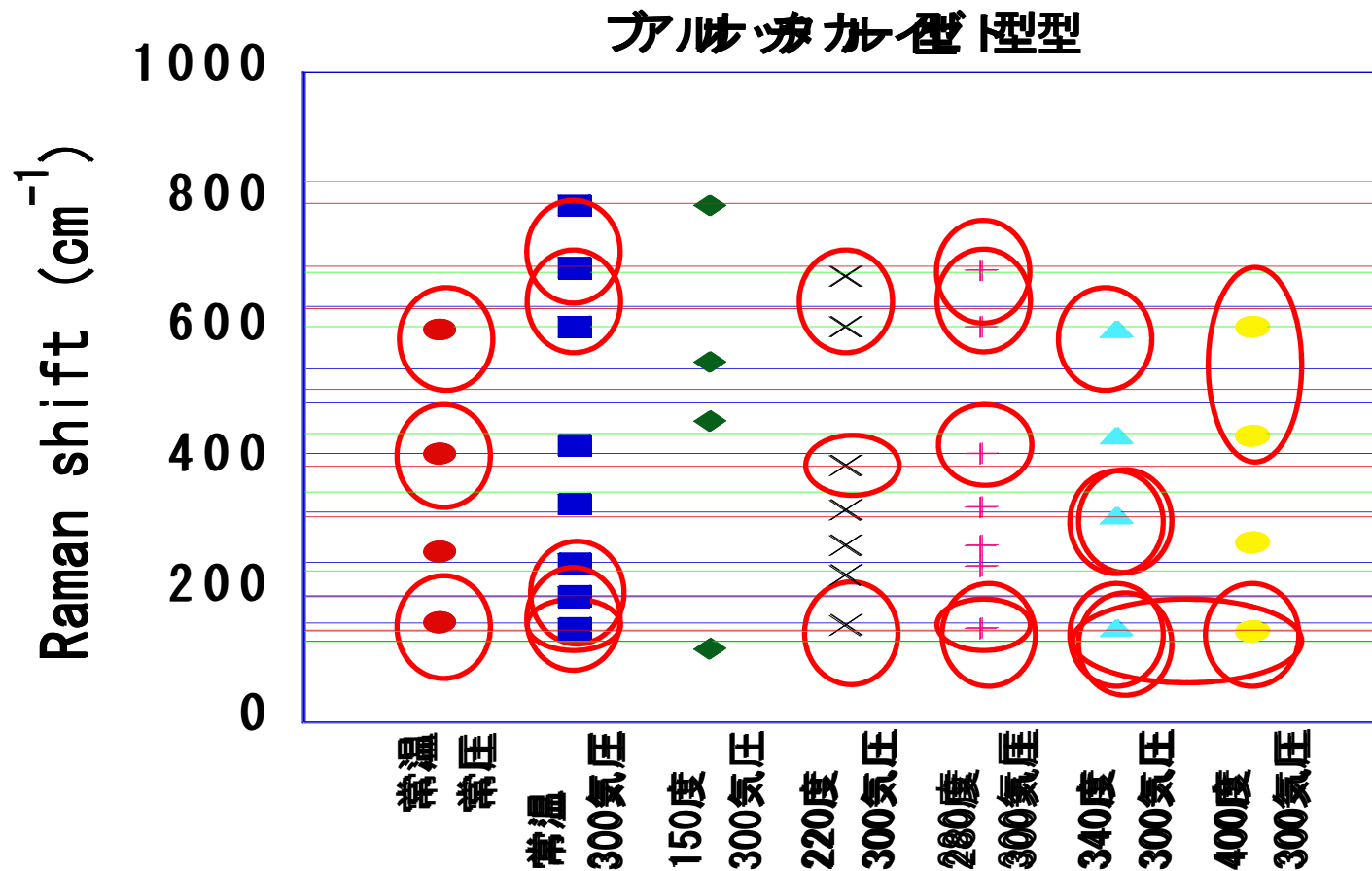


常温常圧で作成された試料



試料のラマンスペクトル

ラマンスペクトルのピーク位置と文献値の比較

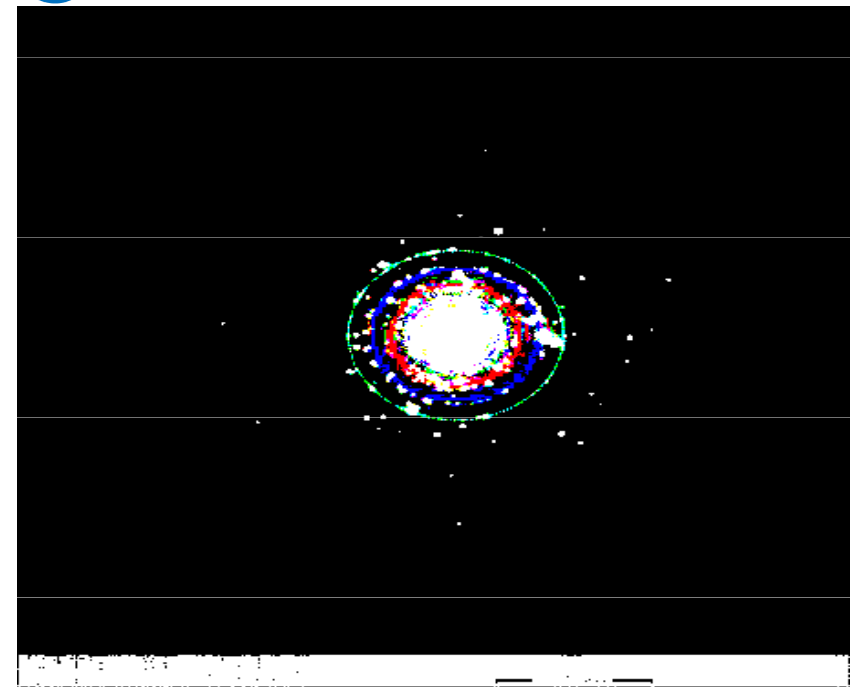
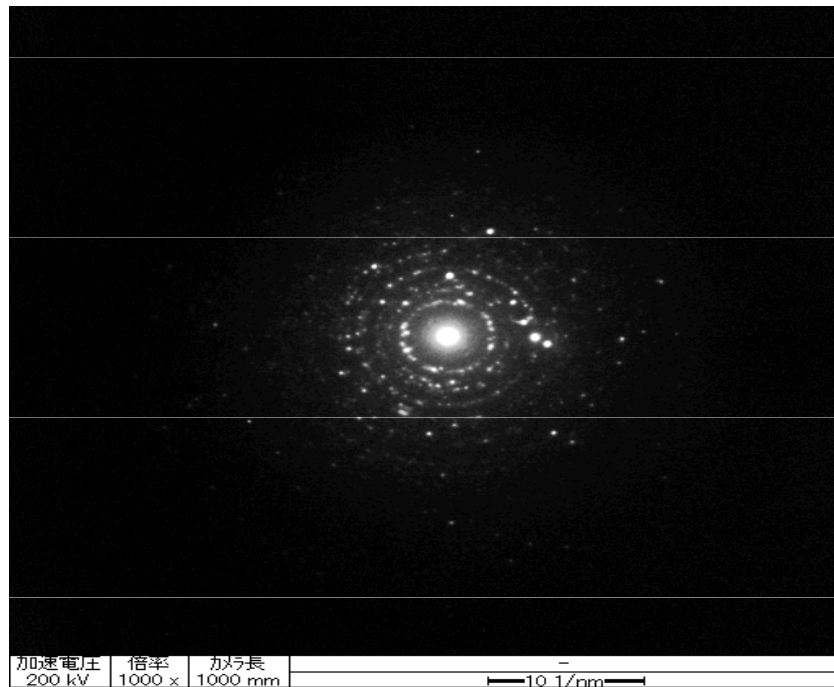


文献値との一致が少なからず見られた

ピーク位置の一致性が不十分であり、結晶構造の同定には至らず。

TEMによる分析

- アナターゼ型
- ルチル型
- ブルッカイト型



観測された環状の回折パターンと文献値との一致を確認して、チタニアの結晶構造を分析する。

電子線回折

表1 観測された回折パターンと文献値との一致数

	常温 常圧	常温 300 気圧	150度 300気 圧	220度 300気 圧	280度 300気 圧	340度 300気 圧	400度 300気 圧
アナターゼ (33)	1	0	4	0	4	1	0
ブルッカイト (17)	1	0	0	1	4	3	2
ルチル (31)	6	2	2	1	2	3	2

➡ 合成されたナノ粒子は3種の結晶型の混晶または混合物

- ・アナターゼ型の生成と水温との相関関係は不明確
- ・ブルッカイト型は水温280度で最多の一致数が見られる
- ・ルチル型は水温に依存せず生成される

結論

水中でのレーザー照射という薬品を用いないワンステップの方法では、水温280度でブルックイト型チタニアのナノ粒子が生成される可能性が見出された。



TEM観測ではチタニアの存在は確認されたが、X線回折計測ではチタニアの存在を示すスペクトルは観測されなかった。



結晶構造を有するチタニアは生成されてはいるが合成量が少ないと考えられる。今後は本研究を足がかりに効率よく生成できるプロセス条件を探索する必要がある。