

マイクロ波化学法によるZn及びTi化合物の簡単合成

高温高压流体技術研究所
近田 司

【緒 言】

電子レンジの加熱原理であるマイクロ波を加熱源として用いると、化学反応速度が劇的に向上したり、あるいはこれまでの通常加熱手段では合成が不可能であった化合物が簡単に生成するという例が、近年数多く報告されている。当研究所においても、これまでフェライト等の鉄系化合物の合成を中心にマイクロ波化学法の検討を行い、ユニークな性状を有す流体フェライトの合成にも成功した¹⁾。

今回は、マイクロ波化学法適用拡大の一環として、紫外線吸収材、蛍光材料あるいは直近においては青色発光ダイオードの原料としても注目を浴びているZnO等のZn化合物と、光触媒材料等を中心にその用途が拡大しているTi化合物について、これらの液相迅速合成を試みた。その結果、反応が非常に速くて大粒径化しやすいZnOの合成において、10nm以下の超微粒子を精度良く製造する方法を導出すると共に、TiO₂については、通常加熱法では考えられないような低温度においてルチル型が合成出来ることを明らかにした。

【実 験】

・原料及び実験装置

合成実験に使用したZnやTi等の水溶性塩、塩基あるいは有機溶剤等の試薬は、特に精製処理をすることなくそのまま用いた。一方、マイクロ波加熱装置としては、Milestone社製ETHOS-1600(耐圧2MPa)、ultraCLAVE(耐圧20MPa)あるいは四国計測(株)製シングルモード型反応装置(反応場観察用CCDカメラ付属)を用いた。

・操作手順

所定量の試薬等を混合した原料反応液に、2.45GHzのマイクロ波を照射して所定温度まで昇温し、その温度で所定時間保持した。反応後、生成物を減圧濾過あるいは遠心分離処理し、生成物中の固形生成物を分離、洗浄回収した。回収後の生成物は、電気炉で70℃-4h乾燥した後、XRD分析を行った。

【結 果】

・ZnOの合成

亜鉛塩水溶液に過剰のアルカリを添加した後、マイクロ波加熱すると、図1に示すような結晶構造が十分に発達した大粒径ZnOが容易に生成する。この反応は非常に高速で生起するため、このままでは生成物粒径を制御することがほとんど不可能である。そこで、超微粒のZnO粒子を製造するための条件を種々検討した結果、溶媒を水からエチレングリコールに変更することにより、図2に示すように粒径約10nmもしくはそれ以下のZnOを得ることが可能となった。

同様にZnSの合成反応についても、その反応速度を制御する手法を明らかにした。

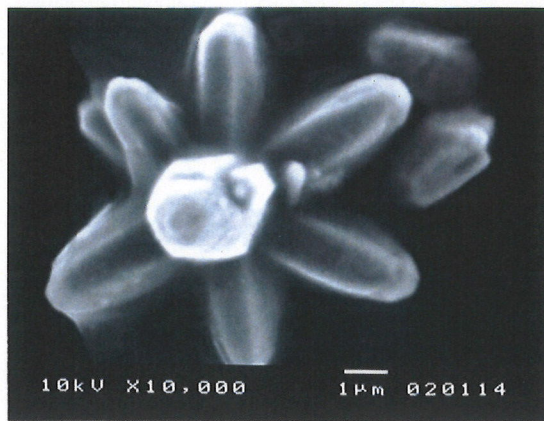


図1 ZnOのSEM写真例

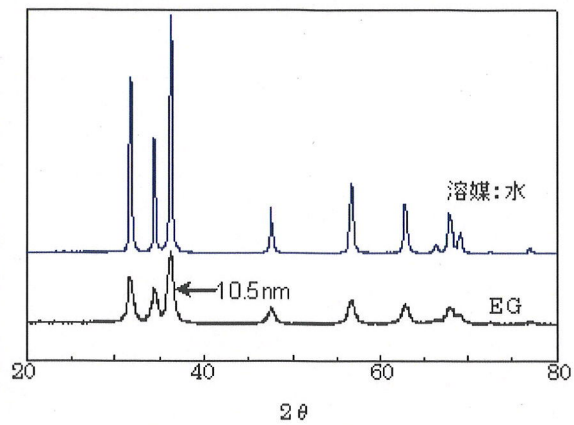


図2

図2 ZnOのXRDパターン

・Ti系酸化物の合成

TiCl₄あるいはTiCl₄ + BaCl₂の水溶液に塩基を添加後、マイクロ波加熱することにより、図3に示すようにTiO₂やBaTiO₃が容易に生成する。ここで注目されるのは、液相反応のような低温条件下でルチル型の酸化チタンが生成していることである。このような温度域では、通常はアナターズ型しか生成しないはずであり、マイクロ波化学法の特徴が現れているものと考えられる。

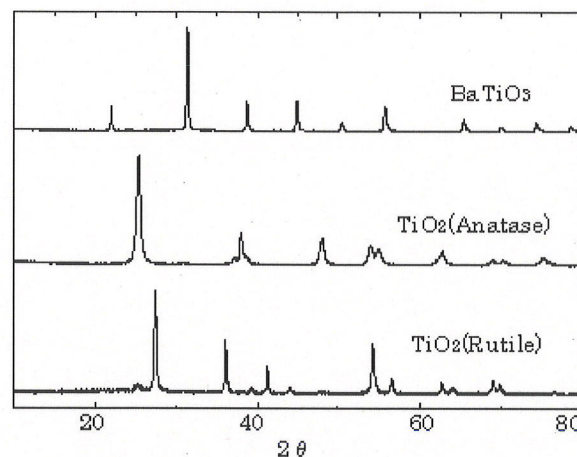


図3 Ti化合物のXRDパターン

一方、ここで試作したサンプルの光触媒性能を測定したところ、市販触媒よりも高性能である可能性が示された。

【参考文献】

- 1) 近田司,加藤俊作,粉体工学会誌,**41**,19(2004)