

**Control of aggregate size of plasma synthesized spherical TiO<sub>2</sub> nanoparticles in alcohols/** K. Sato, J. G. Li, T. Ishigaki (NIMS), H. Kamiya (TUAT)/ The aggregate size of plasma-synthesized TiO<sub>2</sub> nanoparticles in alcohol was controlled by adding various polyethyleneimines with different molecular weights and applying the ultrasonic irradiation into alcohol suspension. The ultrasonic irradiated slurries which had polymer dispersants with low molecular weights showed very small aggregate size, compared to the ball-milled slurries. The aggregate size was almost equal to particle size determined using surface area data. E-mail : ISHIGAKI.Takamasa@nims.go.jp

【緒言】濃厚ナノ粒子サスペンションの塗布・乾燥による薄膜化プロセスでは、水中よりも沈降速度が遅いエタノールやプロパノール中における凝集サイズ制御も重要である。本研究では、主として比較的固結凝集が少ない熱プラズマプロセスによる球状酸化チタンナノ粒子を用いて、高分子分散剤の分子量及び超音波照射による解砕が、アルコール中の凝集サイズに及ぼす影響を調べた。

【実験】ナノ粒子粉末として熱プラズマ法で合成した数種類の大きさの酸化チタンナノ粒子 (比表面積 25.0~48.0m<sup>2</sup>/g) 比較用に市販の P25 (46.5m<sup>2</sup>/g, 日本アエロジル) サブミクロンサイズの粒子からなる HT0514 (5.8m<sup>2</sup>/g, 東邦チタン工業) を用いた。粒子の表面積基準で 1.0mg/m<sup>2</sup> の高分子分散剤を添加したエタノール及びプロパノール溶液に、粒子を 15vol% 添加した。30 分間超音波ホモジナイザーを用いて照射した後、24 時間ボールミル混合した。比較するため 24 時間ボールミル混合のみの処理も行った。高分子分散剤は 600~70000 の範囲で 4 種類の分子量のポリエチレンイミンを用いた。得られたスラリーの流動曲線を共軸二重円筒型粘度計で測定した。粒子濃度 1vol% におけるアルコール中凝集サイズを X 線透過型粒度分析計により測定し評価した。

【結果】粒子濃度 15vol% でナノ粒子を用いた場合、分子量 1800 と 600 の低分子量の PEI を用いた時のみ分散してサスペンションにすることができた。ボールミル混合のみの処理に比較して、超音波照射による解砕後ボールミル混合する手法が低粘度化に大きく作用し 5mPa·s 以下となった。アルコールの種類については、プロパノールよりもエタノール中の方が、低粘度になった。分子量 1800 の

PEI を用いた粒子濃度 1vol% のスラリーについて、超音波照射がアルコール中凝集サイズの大きさに及ぼす影響を、ボールミル混合のみの試料と比較して Fig.1 に示した。ナノ粒子では、サブミクロンサイズ粒子と比較して、超音波照射がアルコール中凝集サイズの極小化に大きく作用した。プロパノールよりもエタノール中の方が、さらに熱プラズマプロセスによる球状粒子を用いた時の方が、その効果は大きい。溶媒にエタノールを用いた時、比表面積 45m<sup>2</sup>/g レベルの小さな粒子サイズでも、アルコール中凝集サイズは比表面積から求めた粒子径に近い数値となった。

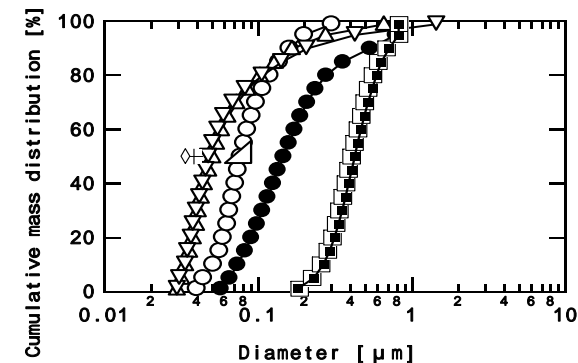


Fig.1 Aggregate size of plasma-synthesized TiO<sub>2</sub> nanoparticles in ethanol and propanol. : ethanol suspension (surface area 22.0 m<sup>2</sup>/g) by ball milling : ethanol suspension (surface area 22.0 m<sup>2</sup>/g) by ultrasonic and ball milling : ethanol suspension (surface area 45.0 m<sup>2</sup>/g) by ultrasonic and ball milling : propanol suspension (surface area 48.0 m<sup>2</sup>/g) by ultrasonic and ball milling : ethanol and propanol suspension of HT by ball milling : ethanol and propanol suspension of HT by ultrasonic and ball milling : mean diameter determined using surface area data (22.0 m<sup>2</sup>/g) ◊, + : mean diameter determined using surface area data (45.0 m<sup>2</sup>/g and 48.0 m<sup>2</sup>/g, respectively).