

Control of dispersion and aggregate size of TiO₂ nanoparticles under ultrasonic irradiation in water/ K. Sato, J. G. Li, T. Ishigaki (NIMS), H. Kamiya (TUAT)/ The dispersion and aggregate size of TiO₂ nanoparticles in aqueous suspension was controlled by adding various polyacrylic acid with different molecular weights and applying the ultrasonic irradiation into aqueous suspension. The ultrasonic irradiated and concentrated slurries which had polymer dispersants with 2100 to 30000 molecular weights showed very low viscosity and small aggregate size, compared to the ball-milled slurries. The aggregate size of slurry with 15 vol% solid fraction was almost equal to particle size determined using surface area data. E-mail : ISHIGAKI.Takamasa@nims.go.jp

【緒言】ナノ粒子を自己配列によって薄膜化し機能化するプロセスとして、塗布・乾燥法が試みられている。このプロセスでは、水中あるいは溶剤中濃厚ナノ粒子サスペンションの分散・凝集制御の他、液中凝集サイズ制御が重要である。本研究では、酸化チタンナノ粒子/水系を対象に、高分子分散剤の分子量、超音波照射が、スラリー粘度と水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市販の酸化チタン P25 (比表面積 46.5m²/g, 日本アエロジル) とプラズマプロセスで合成した球状ナノ粒子 (20.0 ~ 48.0m²/g) と比較用にサブミクロンサイズの粒子からなる HT0514 (5.8m²/g, 東邦チタン工業) を用いた。粒子の表面積基準で 0.5mg/m² の高分子分散剤を添加した水溶液に、粒子を 15vol% 添加し、pH8.5 ~ pH9.0 の範囲に調整した。そのスラリーを、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 1200 ~ 30000 の範囲で、5 種類の分子量のポリアクリル酸ナトリウムを用いた。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。水中凝集サイズは、粒子濃度 1vol% では X 線透過型粒度分析計、15vol% では超音波式粒度分析計により測定して評価した。

【結果】ナノ粒子を用いたスラリーでは、いずれの分子量でも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、PAA の分子量 2100 から 30000 と広い範囲で 5mPa·s 以下の低粘度となった。分子量 2100 の分散剤を用いた粒子濃度 1vol% 及び 15vol% のナノ粒子スラリー

について、超音波照射による解砕の水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粒子に比較して、超音波照射が水中凝集サイズの極小化に大きく作用した。比表面積 45m²/g レベルの小さな粒子サイズでも、粒子濃度 1vol% あるいは 15vol% と濃度に関わらず、水中凝集サイズがほとんど比表面積から求めた粒子径に合致した。特に、固結凝集の少ない熱プラズマプロセスで得た球状ナノ粒子で顕著であった。

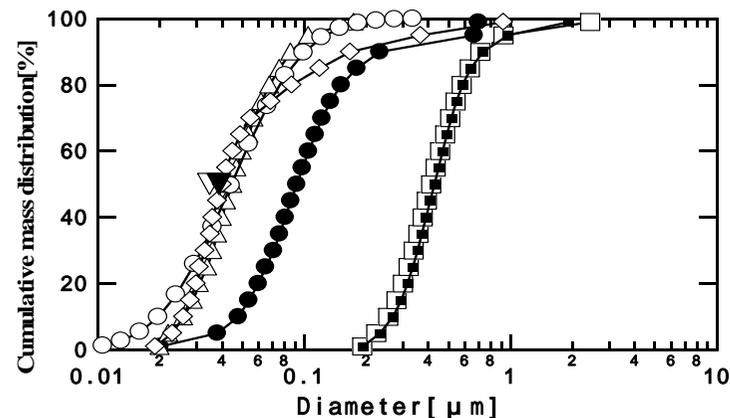


Fig. 1 Aggregate size of TiO₂ nanoparticles in aqueous suspension.

○ : P25 suspension (1 vol%) by ball milling
● : P25 suspension (15 vol%) by ultrasonic irradiation and ball milling
□ : P25 suspension (1 vol%) by ultrasonic irradiation and ball milling
△ : plasma-synthesized nanoparticles with 42 m²/g in surface area
■ : HT suspension (1 vol%) by ball milling
▲ : HT suspension (1 vol%) by ultrasonic and ball milling
◇ : mean diameter of P25 and plasma-synthesized nanoparticle by surface area, respectively.