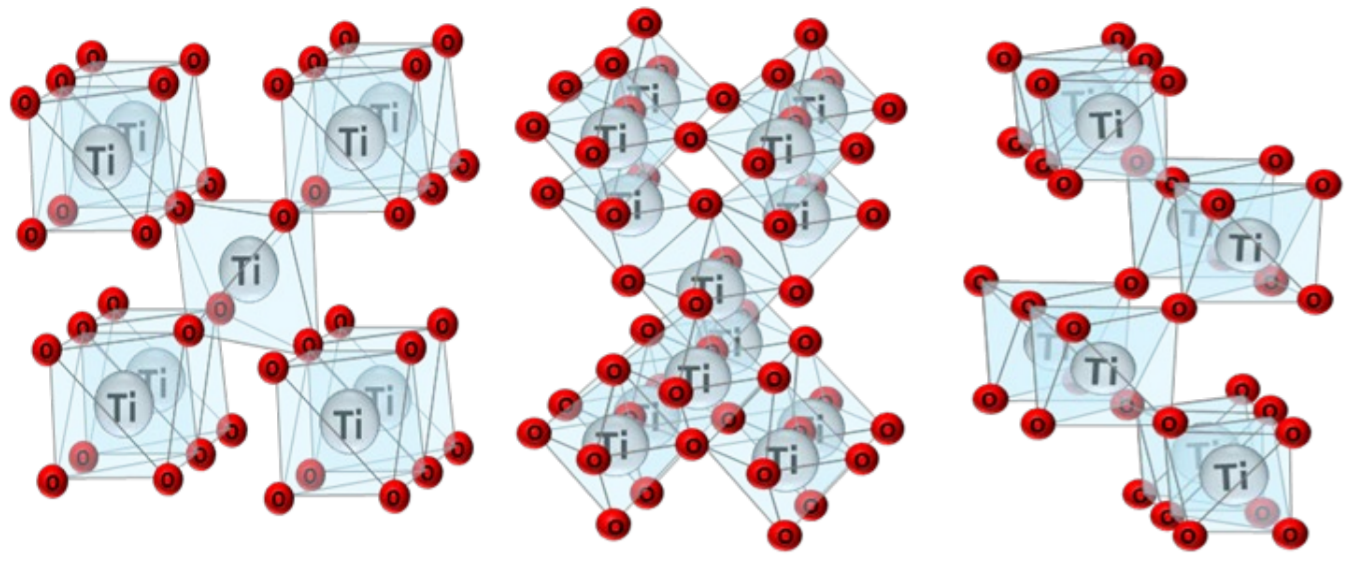


『超音波照射を用いて光触媒活性の向上に成功』

日本大学 生産工学部 専任講師 亀井真之介

課題・背景



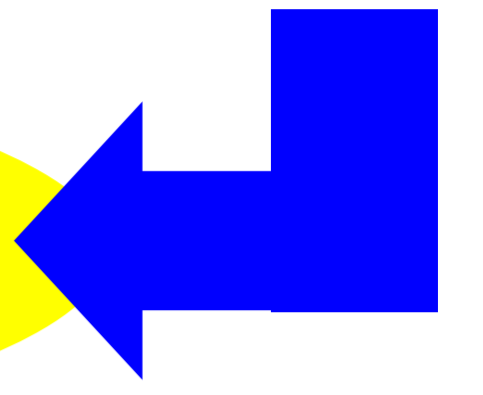
二酸化チタンの結晶相

光触媒活性

ルチル < アナターゼ ≦ ブルッカイト

- 光触媒活性が高い二酸化チタンを製造するには **“水熱合成が必要”**
- 水熱合成法は高圧力、高温下で長時間の処理が必要のため **“合成が容易でない”**

本発明は、溶液中にキャビテーションを発生させることで、瞬間的に水熱合成の環境に近い化学反応場を生み出し、光触媒活性が高い二酸化チタンを簡便に合成できることを見出した。

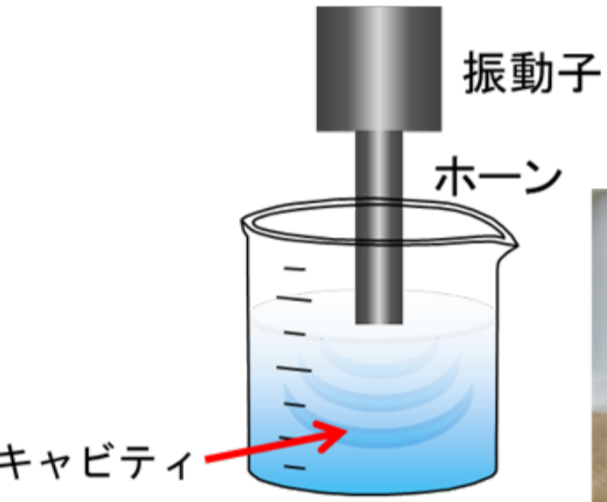


原理・方法

発明技術の一例

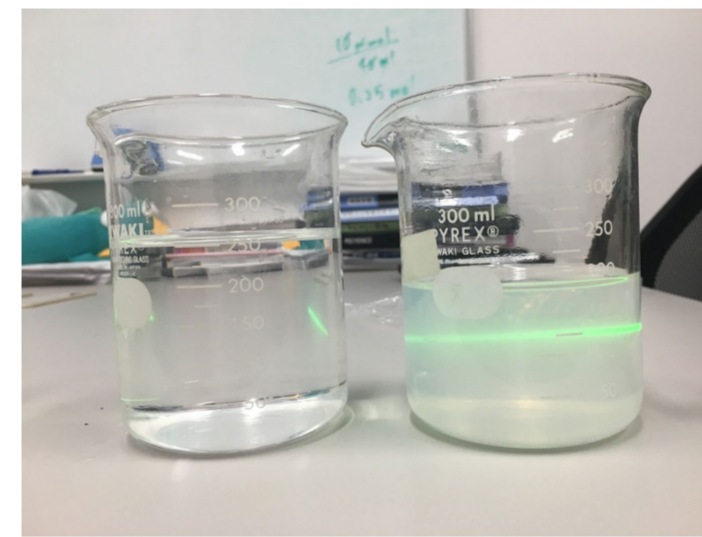
Ti原料は、溶液中でチタニアゾルを形成する原料であれば何でも良い。例えば、硫酸チタニル (TiOSO₄)、四塩化チタン (TiCl₄)、硫化チタン (Ti(SO₄)₂) 等をTi原料として用いることができる

TiOSO₄ (0.9 mol) 100 ml
NaOH (0.6 mol) 50 ml



混合 攪拌時間: 30 min
直接照射 周波数: 20 kHz
出力: 40 W
照射時間: 60 min
温度: 65°C
ろ過 pH: 12.5 (NaOH)
TiO₂

- 1) 0.6M NaOH 50mL + 0.9M TiOSO₄ 100mLを混合
- 2) 30分攪拌後、ろ過
- 3) 残渣を純水中に再分散
- 4) pH調整としてNaOHを用いて、12.5に調整
- 5) この懸濁液を超音波照射 (65°C, 1h)
- 6) 反応溶液をろ過、乾燥を行い回収

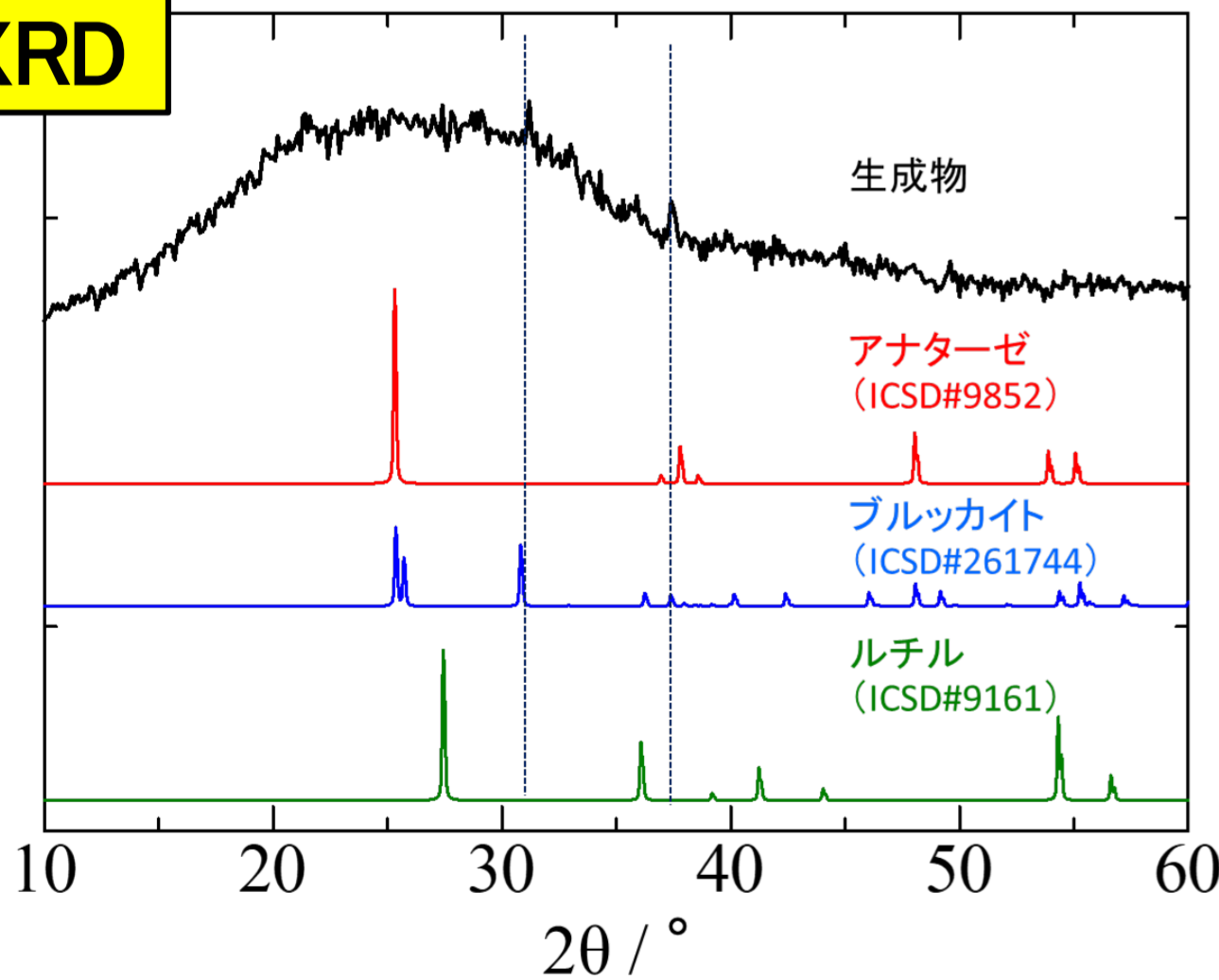


ろ過前の溶液にレーザーを照射したところ、チンダル現象が観察された。生成物の粒子サイズは、**ナノ粒子**であることが示唆された

©特許公報: 第6811475号『光触媒及び光触媒の製造方法』

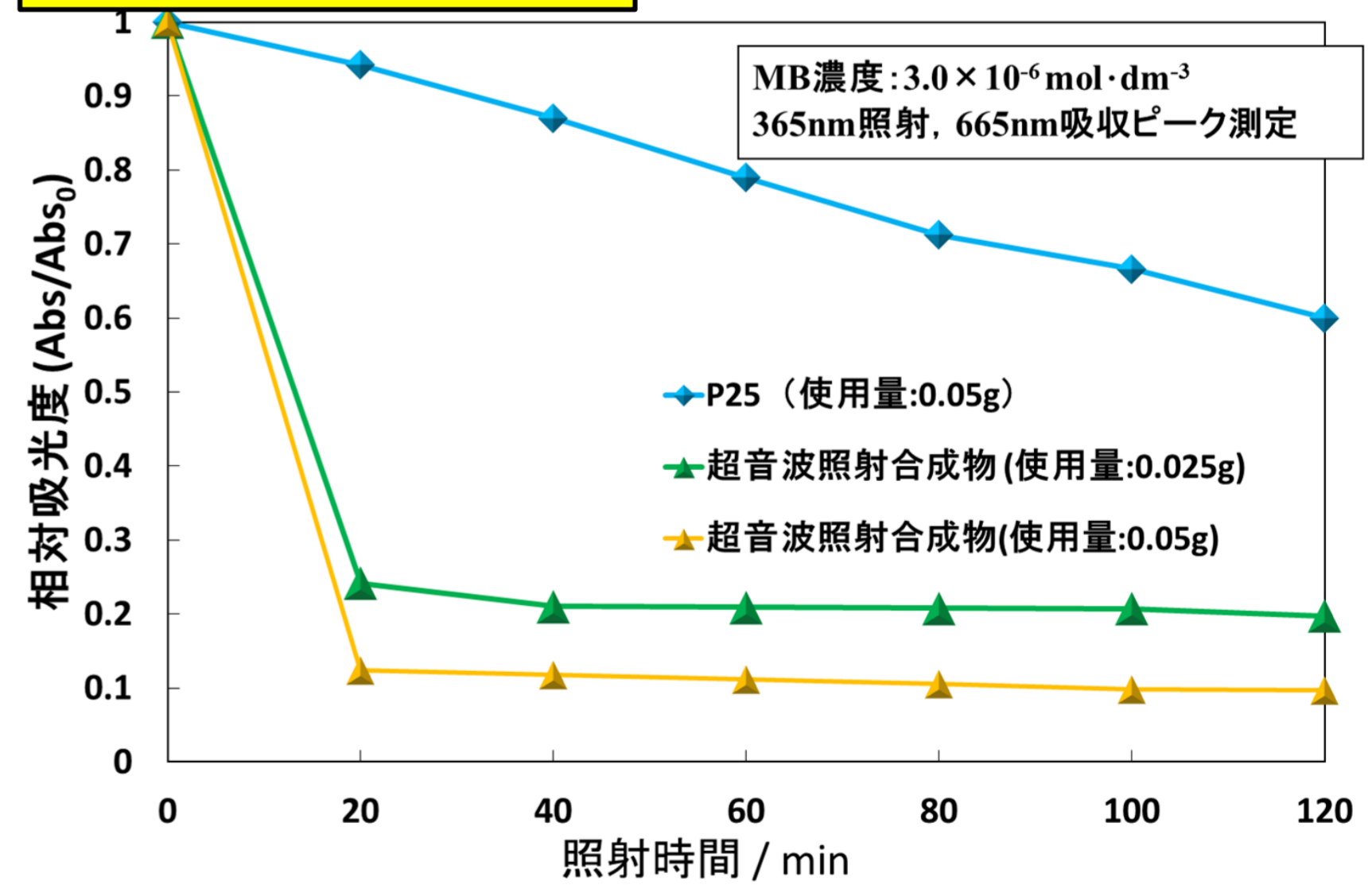
結果・まとめ

XRD



X線回折測定から、得られた二酸化チタンの結晶構造は、その他の結晶性の二酸化チタンと異なり、結晶性由来のシャープなピークを有していなかった。すなわち、アナターゼ型、ブルッカイト型、ルチル型の二酸化チタンが混相となった非晶質構造であると言える。
2θ = 15° ~ 35° のブロードな回折ピーク、31°、37° の回折ピークは、ブルッカイト型に一致していた。また、アナターゼ型と一致する回折ピークも多数あり、**ブルッカイト型、またはアナターゼ型の二酸化チタンとなりうるものであり、アナターゼ型またはブルッカイト型の結晶構造をとりうる非晶質構造であった。**

光触媒活性試験

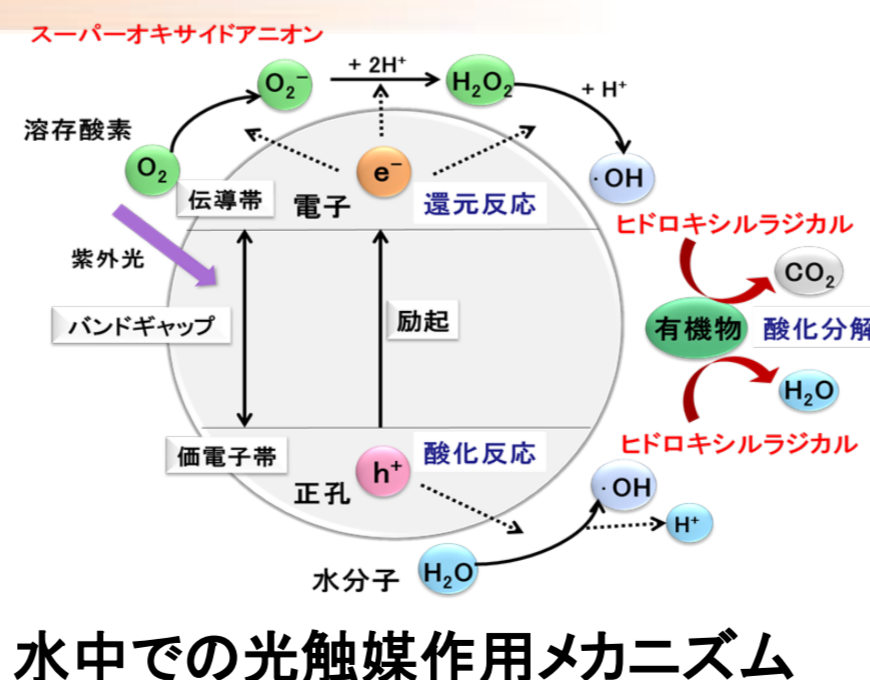


本発明の二酸化チタンは、**市販品のP-25** (日本アエロジル株式会社製, AEROXIDE) **よりも高い光触媒反応を示した。**
また、使用量が同量とその半分量とを比較すると、光照射後20分の時点で、同量の二酸化チタンは、P-25より、**9倍以上の分解速度を示した。**

応用分野・用途

浄化材料としての活用が見込める

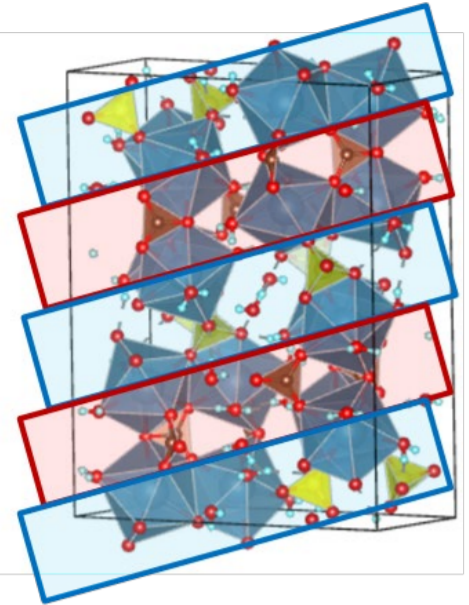
本発明の二酸化チタンは、既存の用途に加え、水質浄化剤、室内清浄等を目的とした吸着剤、悪臭ガス分解剤、防汚剤等の用途に用いることができる。また本実施形態にかかる光触媒の製造方法は、オートクレーブ等を用いた高温、高圧環境が不要であり、従来の水熱合成法を置き換えることができる。



『世界初、カルシウム複塩の製造に成功』

日本大学 生産工学部 専任講師 亀井真之介

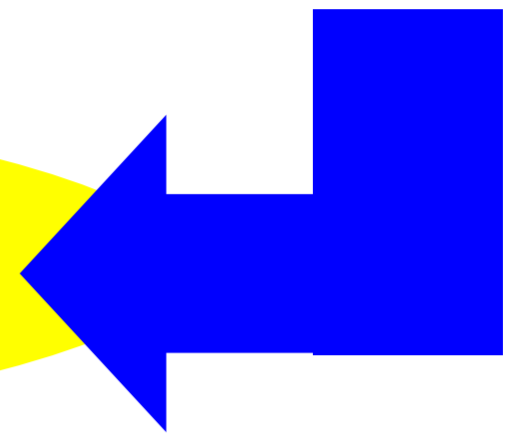
課題・背景



ラピドクリカイト¹⁾
 $\text{Ca}_2(\text{CO}_3)(\text{SO}_4) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
 格子定数
 $a = 1.5524\text{nm}$, $b = 1.9218\text{nm}$
 $c = 0.6161\text{nm}$
 $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
 直方晶
 空間群Pbcn

- 単純な溶解析出法では複塩化合物を“安定した結晶構造で形成できない”
- 複塩化合物の純度が著しく低くなり複塩化合物の“人工合成が容易でない”

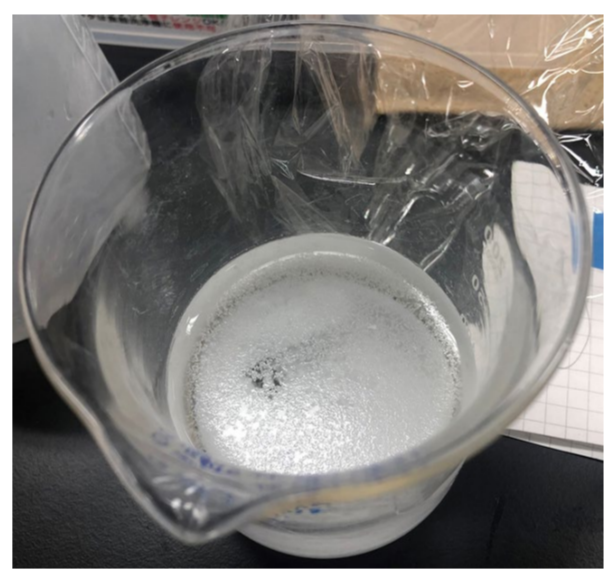
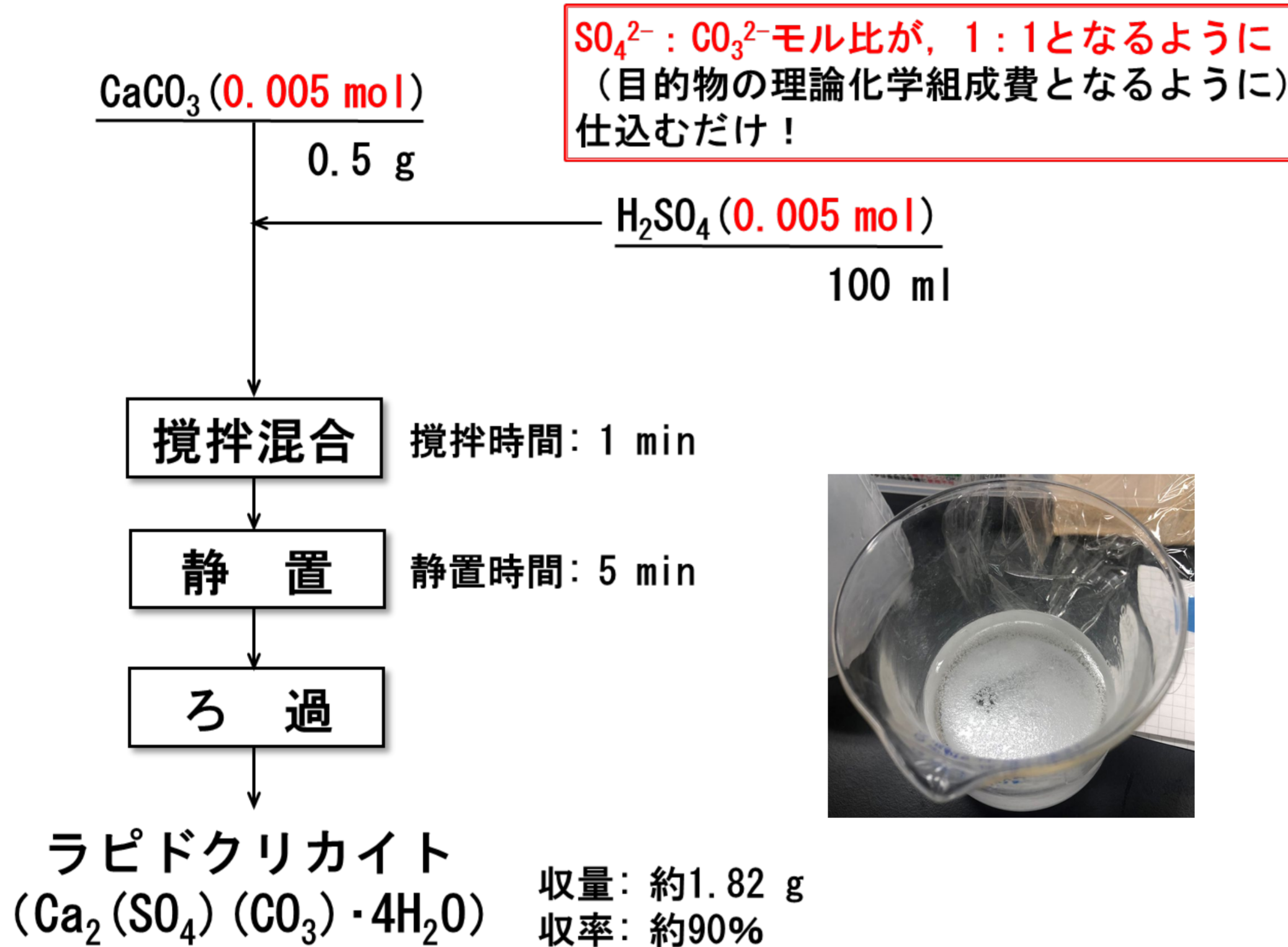
天然で産出される複塩化合物を直接活用するも、天然のため複塩化合物の純度は低い。
 本来の複塩構造体が有する材料物性を示せていない。



原理・方法

発明技術の一例

溶解再析出を用いたラピドクリカイト ($\text{Ca}_2(\text{SO}_4)(\text{CO}_3) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) の合成方法



- ① 原料となる炭酸カルシウムを希硫酸と混合させる
- ② 炭酸カルシウムを溶解させる
 (溶液内の化学組成は、 $\text{CO}_3^{2-} : \text{SO}_4^{2-} = 1 : 1$ となるモル比を調製)
 (炭酸カルシウム粉末0.5g, 0.05mol/L希硫酸溶液100mlに溶解)
- ③ 溶解後、暫く静置、容器内から析出物が生じる
- ④ ろ過・洗浄・乾燥後、ラピドクリカイト粉体を回収

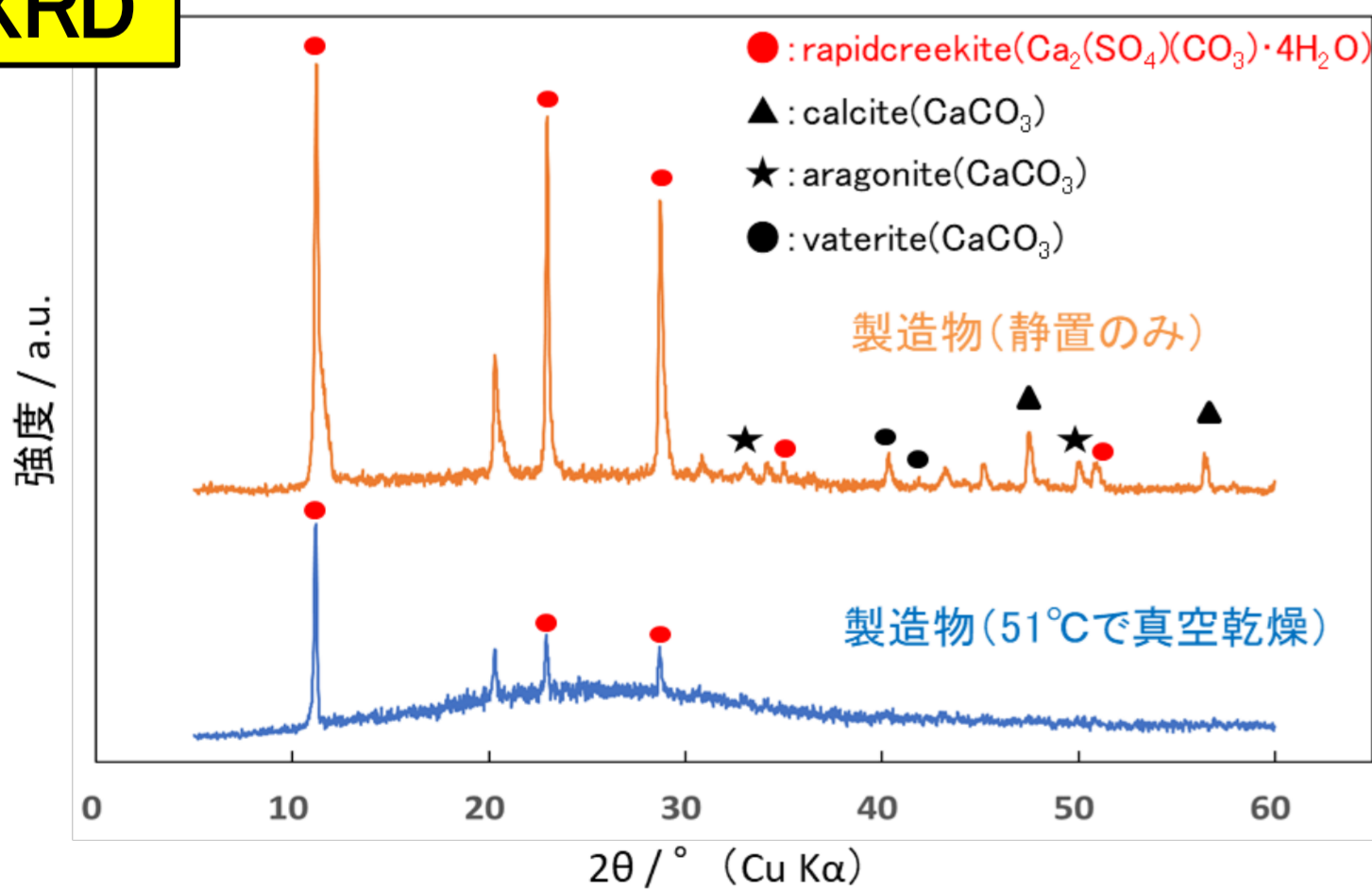


【生成物の外観写真】

©出願番号: 特願2023-0646883 発明の名称『ラピドクリカイトの製造方法、及び、析出物』

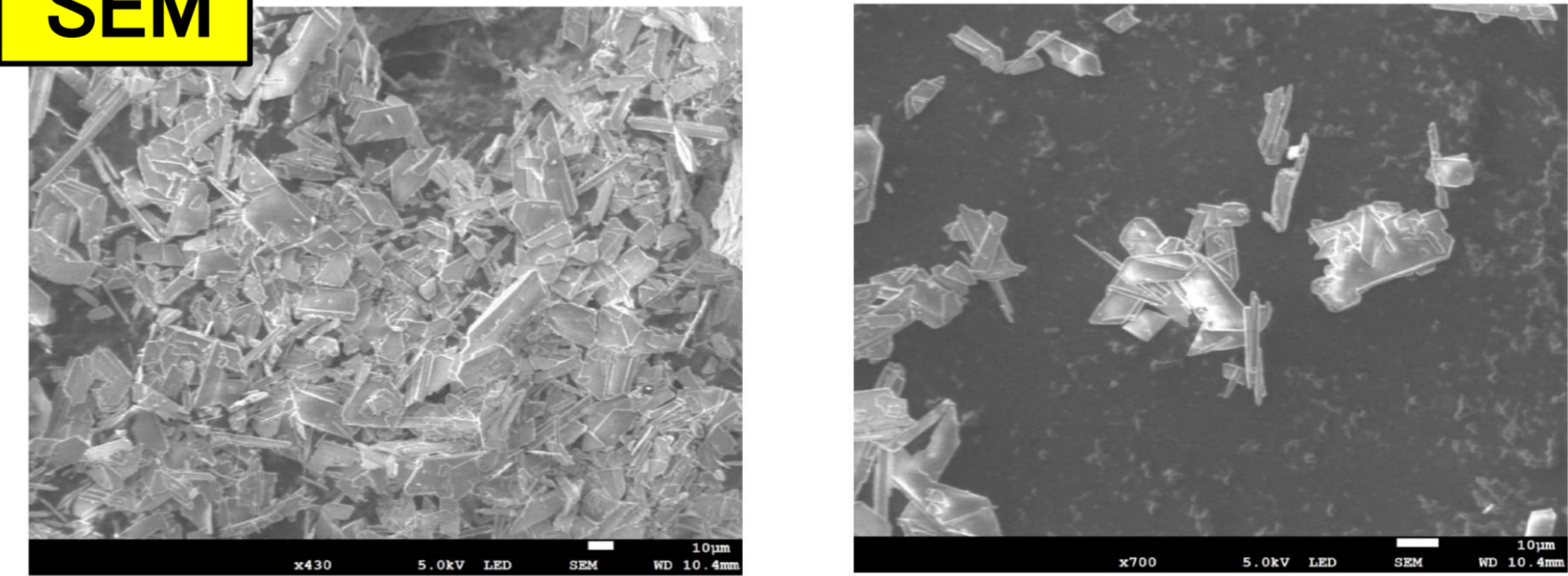
結果・まとめ

XRD



X線回折測定から、得られた生成物の結晶構造は、4つの主ピーク($2\theta = 11.1^\circ, 20.2^\circ, 22.9^\circ, 28.6^\circ$)が、ラピドクリカイトのXRDパターンシミュレーション(ICSD # 425547)で得られる主ピークと一致した。また、静置ではなく、真空乾燥して得た生成物においてもXRDパターンは、炭酸カルシウムの単塩と、硫酸カルシウムの単塩と混合物は異なり、ラピドクリカイトが合成できていることが確認できた。

SEM



走査型電子顕微鏡観察から、板状結晶が観察された形状は、セッコウに類似していた
 粒子径は、30~100 μm 程度であった
 アスペクト比(タテ径:ヨコ径比)は、1:3程度であった

応用分野・用途

インフラ材料としての活用が見込める

現存使用されているセッコウボード(天井、壁材)は二水セッコウからなる単塩構造材料である
 →単塩よりも高い物理的・化学的性質を示すラピドクリカイトは、耐火性、耐強度性、長寿命に優れる壁材等ボード開発できると考えられる。
 ※実際に耐熱性においては二水セッコウよりも高いと報告⁴⁾がある。二水セッコウ脱水温度(160~180°C)、ラピドクリカイト(230°C)
 また、混合添加による補強材として活用されている炭酸カルシウムと同じ役割としての活用においても、このラピドクリカイトは見込める。このため、セッコウ業界、炭酸カルシウム業界と応用可能な範囲は広いと考えている。

耐火・強化に優れた新材料

セッコウボードの次世代版