

液中レーザー溶融法による窒化チタン真球粒子の作製

Preparation of titanium nitride spherical particles by laser melting in liquid

東工大総理工¹, 産総研², 北大院工³ ○川添晃佑¹, 石川善恵², 越崎直人³, 小田原修¹,
和田裕之¹

Tokyo Inst. of Tech.¹, Natl. Inst. of Adv. Ind. Sci. and Tech. (AIST)², Hokkaido Univ.³,
°Kosuke Kawasoe¹, Yoshie Ishikawa², Naoto Koshizaki³, Osamu Odawara¹, Hiroyuki Wada¹

E-mail: kawasoe.k.aa@m.titech.ac.jp

液中レーザー溶融法は、液中に懸濁した粒子にパルスレーザーを照射し、液中でナノからサブマイクロサイズの溶融液滴を形成することで球状粒子を得る手法である (Fig.1)。本手法は、比較的低いレーザーフルエンス (数十 mJ/cm^2 から数 J/cm^2) で球状粒子が得られる。また、非集光プロセスであるため集光プロセスと比較して大きな反応空間を確保でき、高い生産性が得られる。さらに、照射するレーザーフルエンスや分散媒の選択によって球状粒子の粒径や組成をある程度制御出来ることが知られており^[1]、本手法は汎用性および拡張性の高い手法であるといえる。

液中レーザー溶融法は Au^[2]や CuO^[1]、ZnO^[1]など種々の組成の真球粒子が作製されているが、窒化物については現在報告例がない。一方で、窒化物は硬度や熱伝導性など応用上有用な種々の特性を持つため、容易に球状粒子化が可能となれば幅広い応用が期待できる。本研究では窒化物球状粒子作製手法の確立を目的とし、窒化チタンの球状化を試みた。

TiN を水中に懸濁し、Nd:YAG レーザー (波長 532 nm、パルス幅 10 ns) を照射することで球状粒子を得た (Fig. 2)。また、フルエンスの増加によって粒径が増大や酸化の進行を確認した。さらに、300 mJ/cm^2 以上のフルエンスではエバポレーションによるナノ粒子の生成が示唆された。粒子は多結晶であり、表面酸化によってコアシェル型のような $\text{TiO}_2/\text{TiON}/\text{TiN}$ 構造となっていることが明らかとなった。また、この表面酸化は自然酸化ではなく溶融状態でのみ進行することが明らかとなり、レーザー条件で球状粒子の組成を制御できる可能性が示唆された。粒子のサイズや組成にはフルエンスが強く影響しており、照射時間や分散液濃度ほとんど影響が見られなかった。

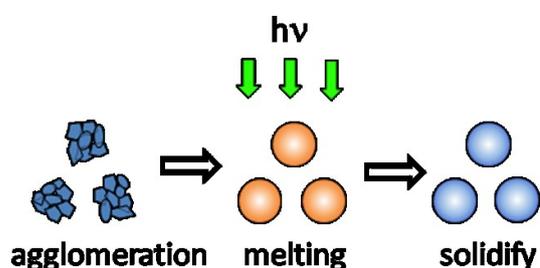


Fig. 1 Scheme of spherical particle formation mechanism by laser melting in liquid.

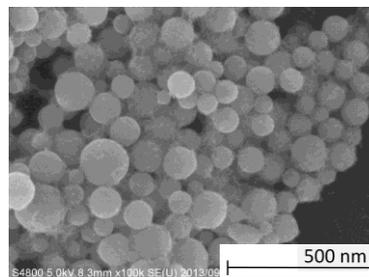


Fig. 2 SEM images of spherical particles by laser irradiation at $80 \text{ mJ}/\text{cm}^2$, 30 min.

[1] H. Wang *et al.*, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **49** (2010) 6361–6364.

[2] Z. Swiatkowska-Warkocka *et al.*, *Langmuir*, **28** (2012) 4903-4907.