

ナノ粒子製造システム「ナノクリエイター[®]」

渡 辺 晃 (わたなべ・あきら)

ホソカワミクロン(株)

ホソカワアルピネ（ドイツ）駐在

は じ め に

当社は、1916年の創業以来、粉体技術一筋に取り組み、粉体を製造・加工する装置やシステムの開発・製造・販売を事業の中心として展開してきた。微粒子を作る方法には、粉碎操作のように大きな塊（粉）を小さくしていくブレイクダウンによる方法と、化学合成のような化学反応などを用いて粒子を生成するビルドアップによる方法がある。ブレイクダウンによる方法の最たるものは、粉碎機であり、当社の主力製品でもある。しかしながら、粉碎機などを用いたブレイクダウンによる方法では、一般的にサブミクロン域に粉碎限界があり、それよりもサイズの小さいナノ粒子を作ることは困難である。

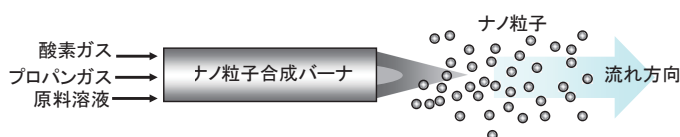
粒子の大きさをナノサイズにすることで、マイクロメートルサイズでは発現しなかった物性を得ることができる。強誘電体材料である BLT (チタン酸ビスマスランタン) は、ナノサイズにすることで焼成温度が下がり、その結果、ビスマスの揮発が抑制され、漏れ電流が少なくなるため、性能が向上する。

当社では、ブレイクダウンによる方法のみならず、ビルドアップによってナノ粒子を作製する技術や装置の開発も行っている。2008年にバッチ式

の研究開発用のナノ粒子製造システムとして販売開始したナノクリエータ FCM-MINI は、その一例である。この装置の発売以降、年間約 50 件のナノ粒子試作依頼が寄せられており、関心の高さがうかがえる。また、試作を実施されたお客様や当装置を購入されたお客様から、「もっと処理量を増やせる装置がほしい」、「連続運転可能な装置がほしい」などの要望が多数寄せられたことから、2012 年 10 月に連続運転可能なナノクリエータ FCM-400F を開発し、販売開始した。本稿では、ナノクリエータ (FCM) を用いたナノ粒子の合成原理、各装置の特徴などについて紹介する。

1. FCM を用いたナノ粒子の合成原理

FCMを用いた本手法は、気体中で粒子を合成する気相法の一種である火炎法を用いている。合成原理の模式図を第1図に示す。酸化物ナノ粒子の合成は、熱源として火炎を用いて行う。火炎は、プロパンガスと酸素ガスを燃焼させて形成する。この火炎の中に、酸素ガスと金属などの元素を含んだ原料溶液を供給し、金属などの元素を酸化反応させ、酸化物ナノ粒子を得る。酸化反応中に適切な冷却を行うことで、粒子径が増大する前に反応を停止させ、細かい粒子（ナノ粒子）の合成を可能にした。酸化反応を利用した手法であるた



第1図 粒子合成原理図

め、理論的には酸化物しか合成できない。

火炎法そのものは古くからよく知られた技術であり、この手法自体が、新しいというわけではない。また、気相法によって合成したナノ粒子で実用化されているものは、 SiO_2 などの単組成酸化物に留まり、複雑な組成を持つものや複合酸化物などは困難とされている。一般に気相法では、出発原料に塩化物が使用される。塩化物は、常温常圧では固体または液体であり、構成元素から分かるように原料自体からの熱の発生がないため、火炎による熱化学反応を起こすには、塩化物を気体にして火炎の中に供給する必要がある。しかしながら、塩化物の多くは沸点が高いため、気化することが困難であり、そのために作製できる粒子の種類が限定されるという欠点がある。これらの問題を解決するために、本手法では原料種に熱量のある有機金属塩溶液を使用している。有機金属塩溶液は溶解し合うものが多く、様々な種類の元素を組み合わせることができるため、単組成酸化物だけではなく、複雑な組成の酸化物が合成できる。最近、当社に寄せられる要望をみても、単純酸化物ではなく、他の方法では合成できない複雑な組成の酸化物やこれまでの技術ではナノ粒子化が困難な酸化物などに対する内容が増えている。

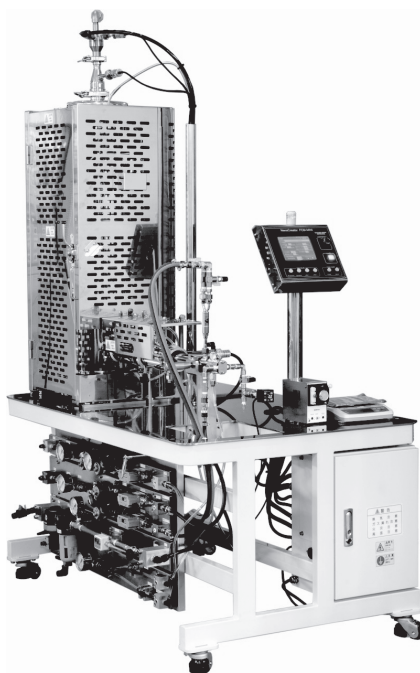
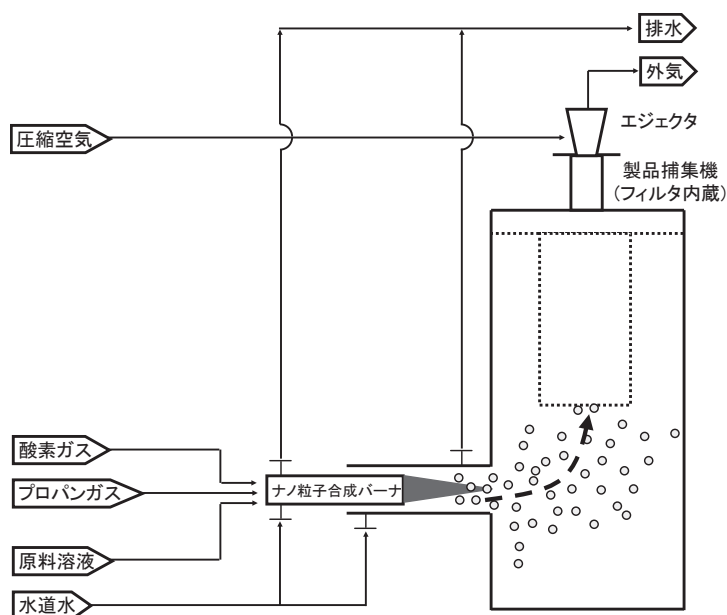


写真1 FCM-MINIの外観写真

2. 装置紹介

2.1 FCM-MINI

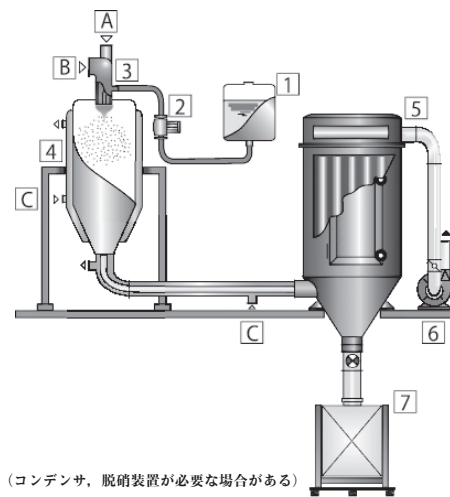
2008年に販売を開始したFCM-MINIのフロー



第2図 FCM-MINIのフローシート

シートを第2図に示す。装置は、粒子を合成するナノ粒子合成バーナ、製品捕集機、エジェクタで構成される。ナノ粒子合成バーナで生成した粒子は、製品捕集機後段に設置したエジェクタによって吸引され、製品捕集機内に設置したフィルタに集められる。フィルタでの圧力損失が大きくなった時点（差圧約10kPa）、または回収容器内が高温になった時点で運転を停止するパッチ型の装置である。また、ユーティリティとして、圧縮空気、冷却水（水道水）、酸素ガス、プロパンガスが必要である。

当装置の開発時において、酸化物ナノ粒子（特に複組成酸化物）は、基礎研究段階のものがほとんどであったため、ユーザからはコンパクトで少量・多品種作製に適した装置を望む声が多かったことから、装置サイズをW 850 × D 1,300 × H 2,000[mm]とすると共に合成から回収までを一台の装置で行えるようユニット化した装置として販売を開始した。また、分解性・洗浄性を考慮して部品点数を少なくし、ケーシングを含めた全ての

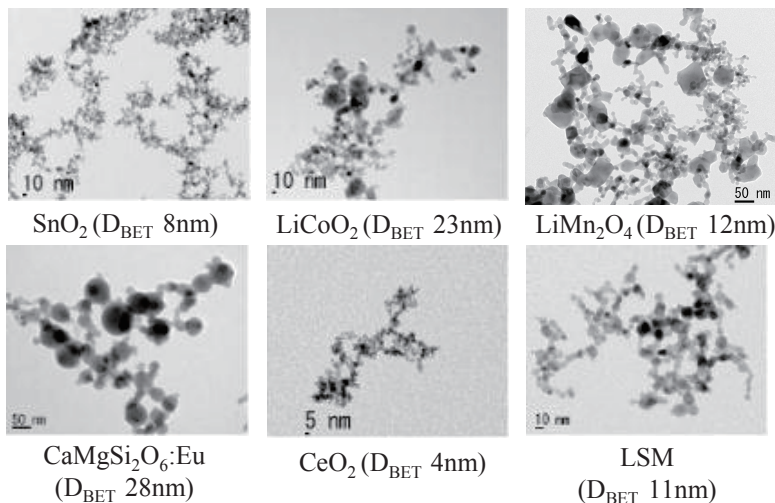


- | | |
|---------------|-------------|
| ① 原料溶液タンク | ⑥ ブLOW |
| ② ポンプ | ⑦ ナノ粒子回収タンク |
| ③ ナノ粒子合成バーナ | ⑧ 酸素 |
| ④ ナノクリエータ FCM | ⑨ LPG, 酸素 |
| ⑤ パルスジェットコレクタ | ⑩ 冷却水 |

第3図 FCM-400F のフローシート

第1表 FCM の仕様

型式	FCM	MINI	400F
運転方式	(-)	バッチ	連続式
製品能力	(-)	~10g/バッチ	100~200g/h
概略設置寸法	W×D×H (mm)	850×1,300×2,000	8,000×4,000×5,500
必要ガス量	プロパン (NL/min)	1 (0.05MPaG)	10 (0.05MPaG)
	酸素 (NL/min)	23 (0.5MPaG)	250 (0.5MPaG)
	圧縮空気 (NL/min)	200 (0.5MPaG)	4,000 (0.5MPaG)
冷却水	(L/min)	6 (0.2MPaG)	200 (0.4MPaG)



第4図 ナノ粒子の合成例

部品を工具を用いず人手だけで容易に分解できるようにした。約 30 分の運転で 10 g 程度の製品回収が可能な装置となっている。粒子サイズも小さなものでは、数ナノメートルの極めて小さな粒子が合成可能である。

2.2 FCM-400F

FCM-MINI の発売後、ナノ粒子を連続合成できる FCM-MINI のスケールアップ機に対する要望が多数寄せられるようになり、この声に応じて開発したのが、FCM-400F である。この装置のフローシートを第 3 図に示す。粒子の合成原理は、FCM-MINI と同様であるが、原料溶液の供給速度が FCM-MINI の 10 倍まで対応できる装置となっている。つまり、FCM-MINI の 10 倍の生成能力を有する装置である。当装置では、ナノ粒子の合成は、FCM-400 F 本体（反応容器）内で行われ、その後段に粒子を連続的に回収するためのバグフィルタ、排気を連続的に行うためのブロワが設置されている。

FCM-MINI と FCM-400F の仕様を第 1 表に示す。大きな違いは、FCM-MINI がバッチ式の装置であるのに対し、FCM-400F は連続式の装置となっている点である。そのため、FCM-400F では、製品をバグフィルタで捕集し、連続的に排出する。

原理的に考えて当然ではあるが、FCM-400F は、FCM-MINI と同じサイズの粒子を合成でき

る。FCM を用いて合成したナノ粒子の例（TEM 写真）を第 4 図に示す。第 4 図が示す通り、単純な組成の酸化物から複雑な組成の酸化物まで合成することができており、いずれもナノ粒子であることが確認できる。

お わ り に

「ナノ」という言葉が一般的に認知されるようになって久しいが、実際の状況を見てみると、研究開発段階のものや、実用化を見据えた段階のものがその多くを占めているように思われる。逆に言えば、その多くは未知の領域であり、この分野における開発競争はこれからますます激化してくるものと考えられる。当社に持ち込まれる材料系の用途を見ても、燃料電池、二次電池、ガラス、蛍光体、触媒、誘電体、熱電材料、研磨材など多岐にわたっており、既存の材料物性を超えるために、既存の材料組成からの変更、脱却を狙ったものが多い。例えば、母材となる粉体に微量の複合ナノ粒子を加えることで、粉体材料の機能を飛躍的に向上させることができる用途などに用いられている。

ナノクリエータの技術は、多くの研究開発分野への適用が可能なことから、今後のナノ粒子市場をさらに加速、活性化させ、多くの分野でこの技術が実用化につながることを期待する。

トピックス

三菱レイヨン・クリンスイ

5 年保存タイプの備蓄用飲料水に 500ml サイズ登場

三菱レイヨン・クリンスイは昨年 12 月の販売開始以来、企業向けを中心に好調な売れ行きの「クリンスイ長期保存水 2L」に続き、「クリンスイ長期保存水 500ml/BTL5-5N」の販売を、6 月上旬より専用のフリーダイヤルならびに WEB サイトを通じて開始した。

4 月より東京帰宅困難者対策条例が施行された。これを機に

企業での防災用備蓄水を採用する流れはこれまで以上に高まっている。同社が販売展開していく中で、企業の防災関連担当者ををはじめ、多くの人々より小さいサイズを求める声が寄せられ、持ち運び可能な容量のバリエーションを追加するべく、今回、「クリンスイ長期保存水 500ml」を発売した。同製品は品質を安定させる特殊なアルミ

製キャップの採用により、製造日より 5 年間の長期保存を可能とした。

