

『熱プラズマを利用して製造したナノ粒子の紹介と高機能化への提案』



(株)日清製粉グループ本社
技術本部 生産技術研究所
湯蓋 一博

発表日時: 2002年11月7日13:00-14:00

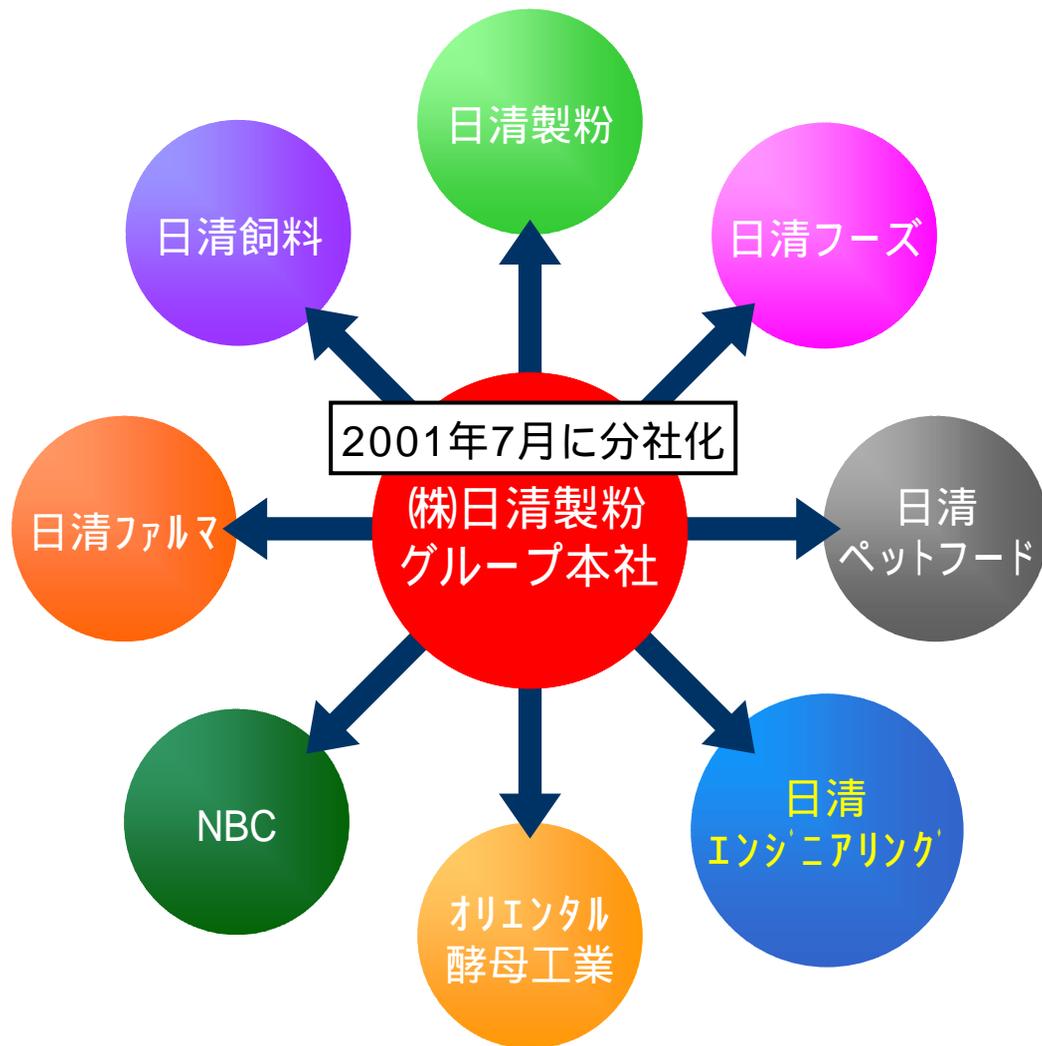
発表場所: 丸ビル8Fコンファレンススクエア 会議室5

はじめに

発表内容

1. 日清製粉グループの概要
2. 当社のナノ粒子製造について
3. 熱プラズマ法の概略
4. 製造したナノ粒子の紹介
5. 高機能化への提案

日清製粉グループの概要



日清製粉グループの概要

グループ本社の機能

- ・Strategy / グループ全体の戦略の立案
- ・Support / 高度専門集団による各事業会社への支援
- ・Conformity / 社会と時代への適合
- ・Communication / コミュニケーション活動
- ・Management / 株式公開企業としての監査、監督

技術本部 生産技術研究所

製造研究室

粉体研究室

自動化研究室

日清エンジニアリングの概要

日清エンジニアリング株式会社

1972年設立

資本金 1億円

社員数 約100名

プラントの設計、施工、管理
及びシステム開発

エンジニアリング事業

Powder Technology
&
Project Engineering

食品からエレクトロニクスまで。

粉砕、分級
ナノ粒子製造
測定業務

供給機
分級機
粉砕機
液晶スプレー
散布装置

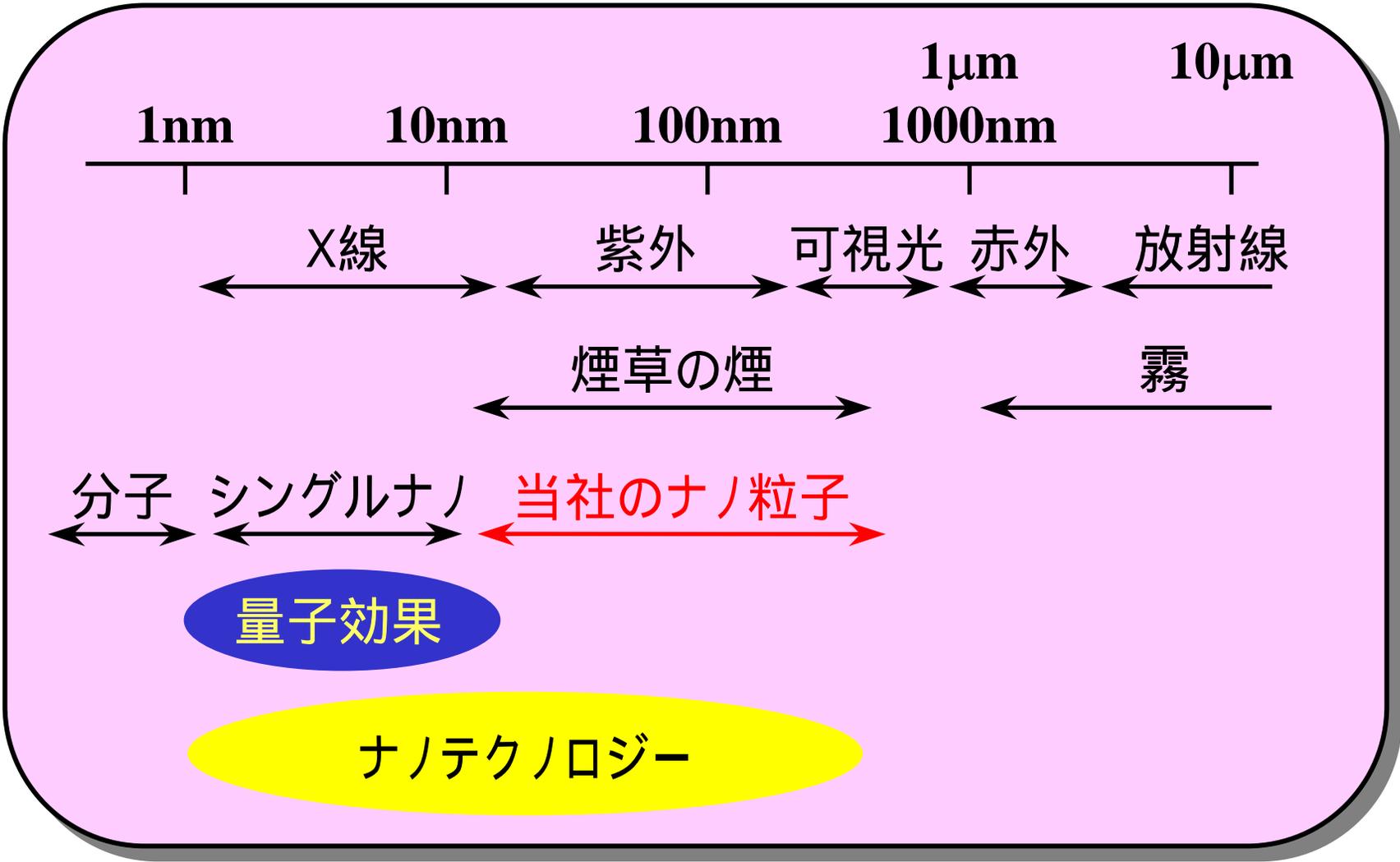
機器製作販売事業

粉体加工事業

日清製粉グループにおけるナノ粒子製造の歴史

- 1986年 日清製粉(株) 生産技術研究所において熱プラズマ法による超微粒子製造の研究開始。
- 1988年 超微粒子コーティング技術の開発に成功。超微粒子及びコーティング粒子のサンプル出荷開始。
- 1996年 超微粒子製造業務を日清エンジニアリングの受託加工事業に移管。研究開発は日清製粉(株)生産技術研究所が対応。

ナノ粒子の定義



ナノ粒子製造方法の分類

気相法	化学的方法 (CVD)	電気炉加熱法 化学炎(燃焼炎)法 熱プラズマ法 レーザー加熱法
	物理的方法 (PVD)	抵抗加熱法 電子ビーム加熱法 熱プラズマ加熱法
液相法	化学的方法	共沈法 金属アルコキッド法 水熱合成法 ゾル-ゲル法
	物理的方法	噴霧法 溶液燃焼法

熱プラズマ法の概要

製法	原材料を適当な方法で熱プラズマ中に導入し、蒸発させた後、急冷凝縮させることで微粒子とする方法
方式	<ul style="list-style-type: none">・直流(DC)プラズマ [低出力、低価格]・高周波誘導(RF)プラズマ [高出力、高価格]・ハイブリッドプラズマ
特徴	<ul style="list-style-type: none">・液相法と比較し、クリーンで生産性が高い・熱源が超高温になるため、高融点材料にも対応可能・他の気相法に比べ、複合化が比較的容易 <hr/> <ul style="list-style-type: none">・粒径制御、反応制御が困難・装置が大きく、高価

日清製粉グループのテクノロジー

Nanoparticle Technology

長年の研究成果及び蓄積した豊富な経験をもとに、熱プラズマ法によるナノ粒子製造を行います。

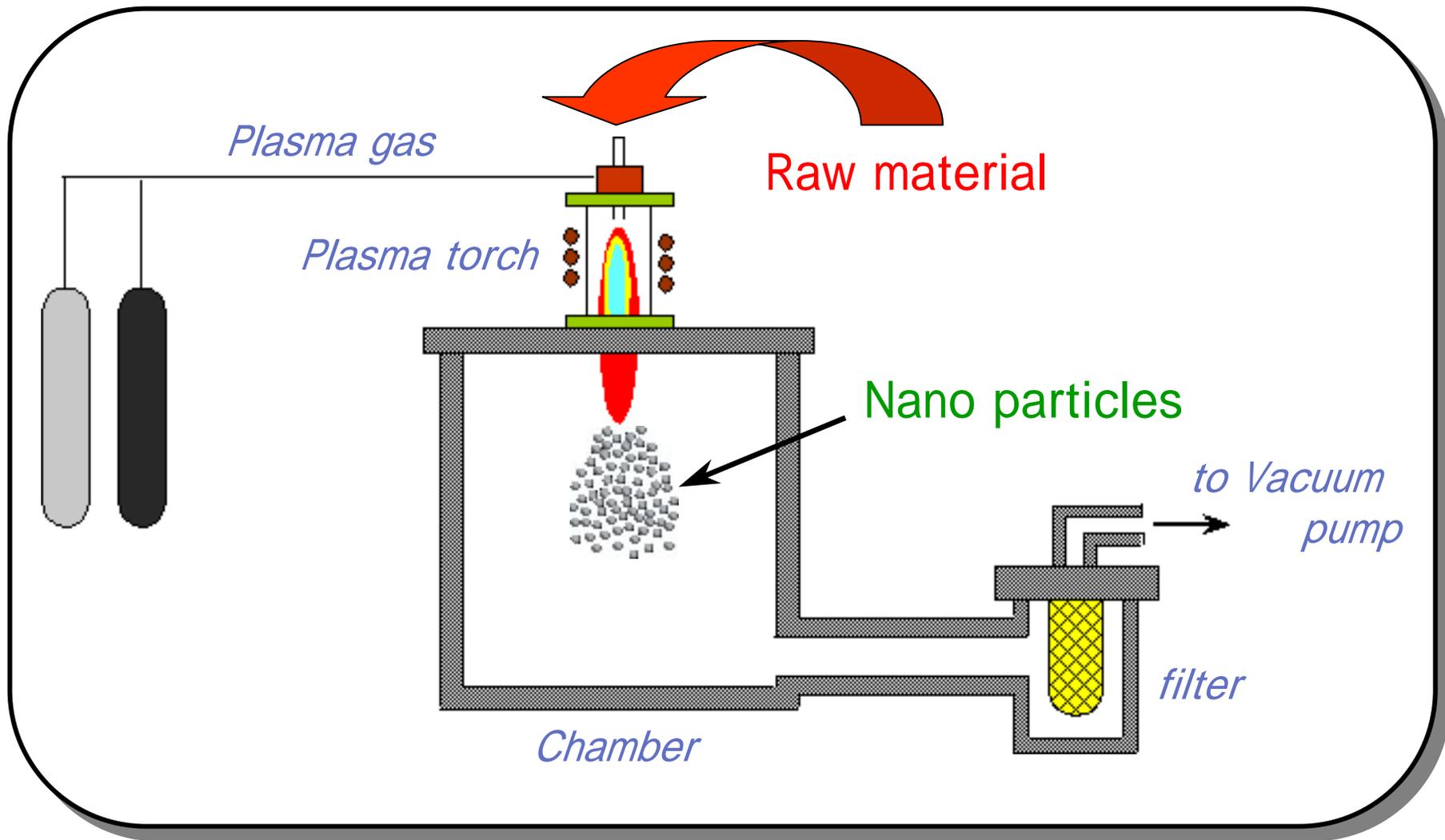
Nanocomposite Technology

粉体における総合的な技術、独創的なアイデアを駆使して、ナノ粒子の複合化を実現します。

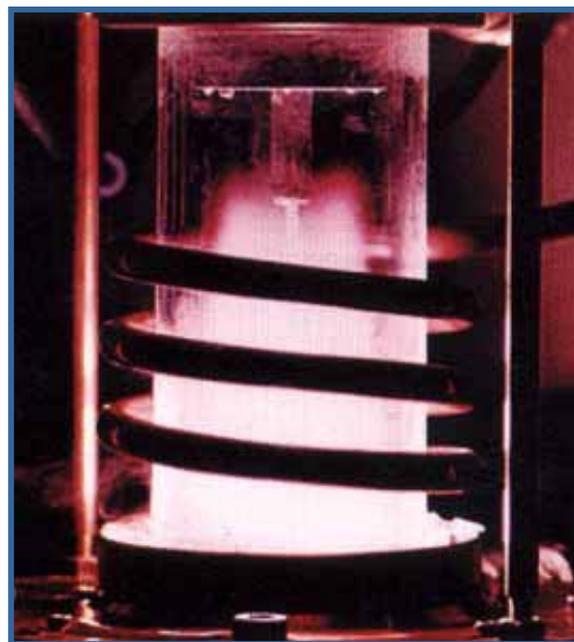
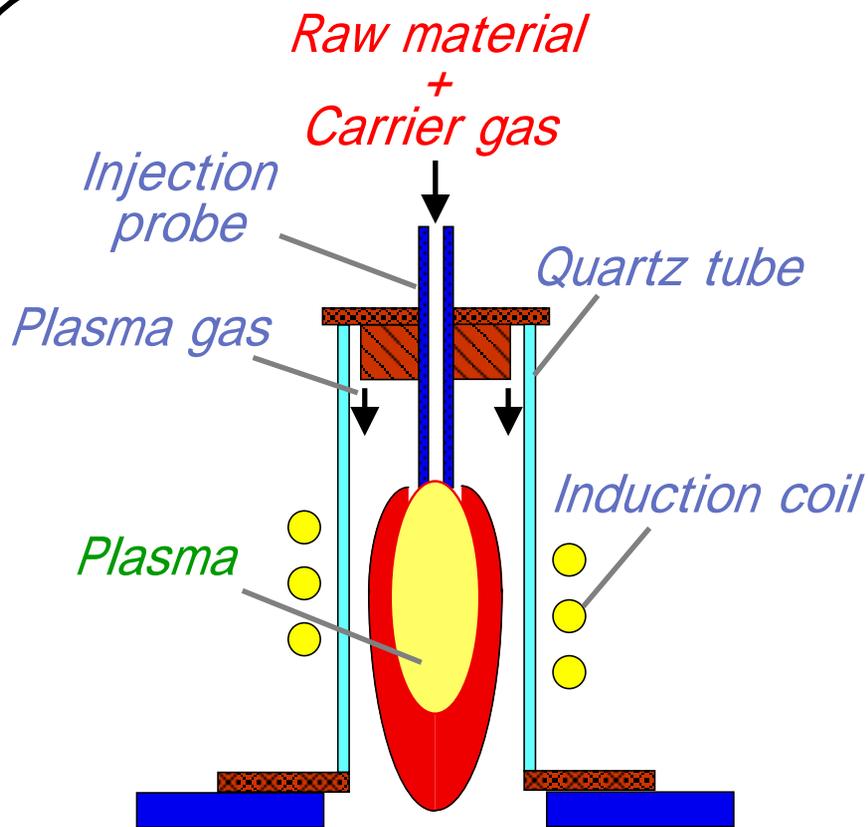


- ・原料供給装置、製品回収機構の自社開発。
- ・長時間の連続製造を可能にする操作技術。
- ・粒子成長過程の制御を可能にする装置設計。
- ・複合粒子を生成させるための多様なノウハウ。

熱プラズマ装置概略図



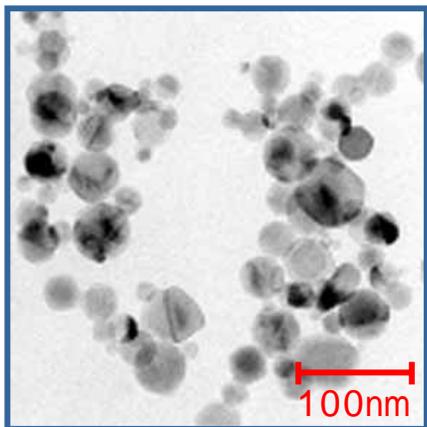
プラズマトーチ拡大図



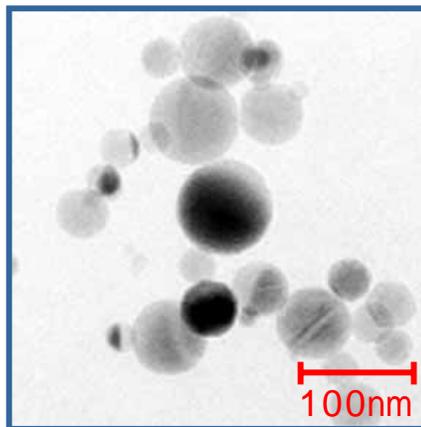
主なナノ粒子の製造例

材 料	平均粒子径 (BET法)	粒子形状 (SEM)	結晶系 (X線回折)
SiO ₂	10 ~ 50nm	球状	非晶質
TiO ₂	30 ~ 100nm	球状	正方晶
Y ₂ O ₃	30 ~ 80nm	球状	単斜晶
BaTiO ₃	30 ~ 80nm	真球状	立方晶(正方晶)
Ni	50 ~ 200nm	真球状	立方晶
Cu	50 ~ 200nm	真球状	立方晶
TiN	30 ~ 60nm	球状	立方晶
SiC	30 ~ 60nm	角状	立方晶 + 六方晶

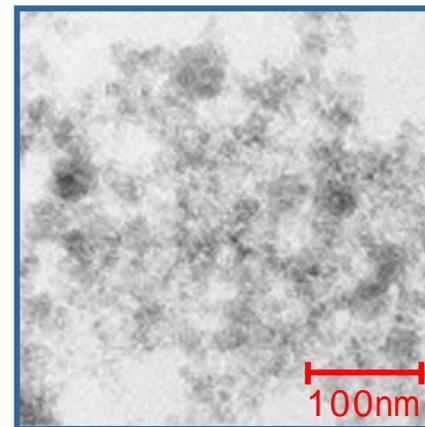
ナノ粒子のTEM写真



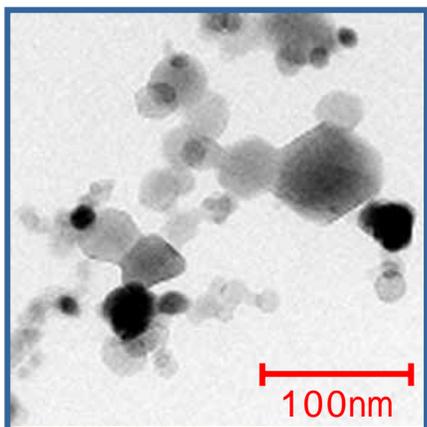
酸化チタン (TiO₂)



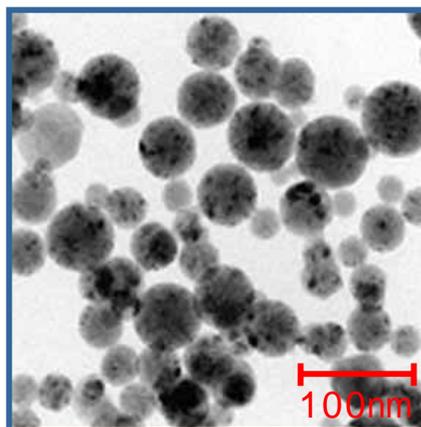
酸化アルミニウム (Al₂O₃)



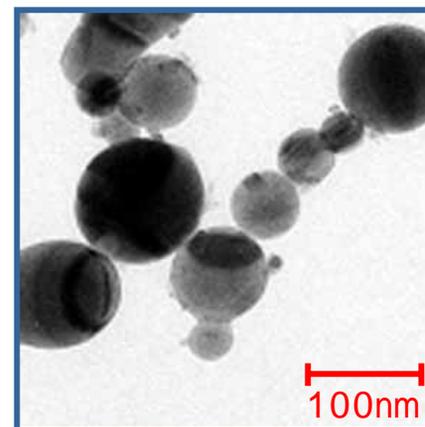
酸化ケイ素 (SiO₂)



酸化イットリウム (Y₂O₃)



チタン酸バリウム (BaTiO₃)

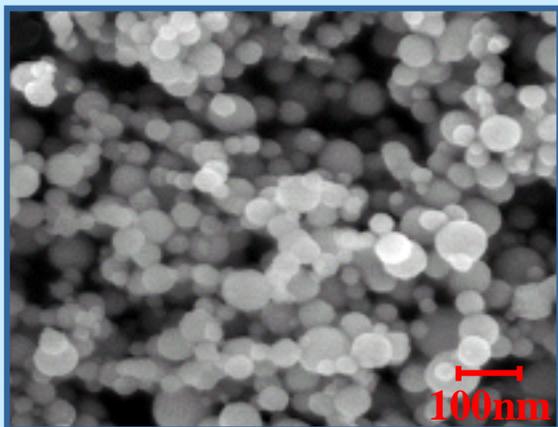


ニッケル (Ni)

製造した粒子の分析例1

チタン酸バリウムナノ粒子の分析

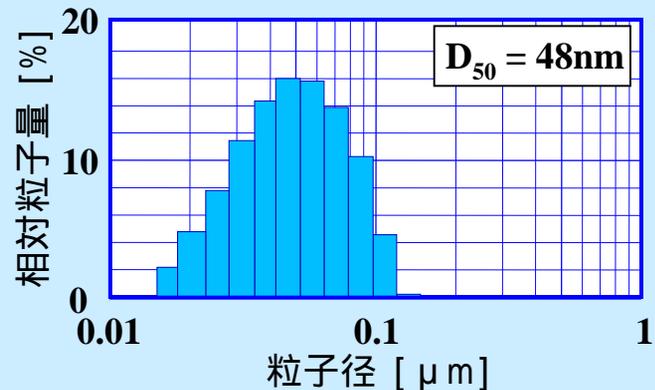
SEM観察像



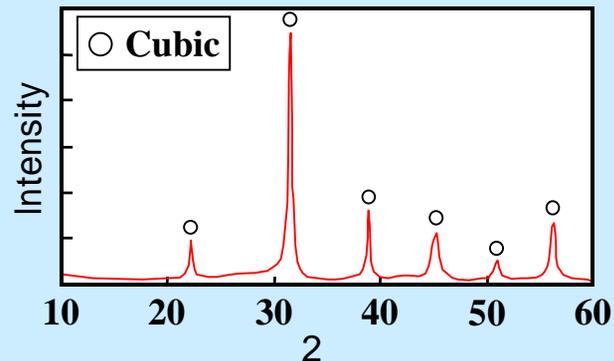
比表面積(BET法)測定

23.8m²/g (換算径42nm)

レーザー回折散乱式粒度測定



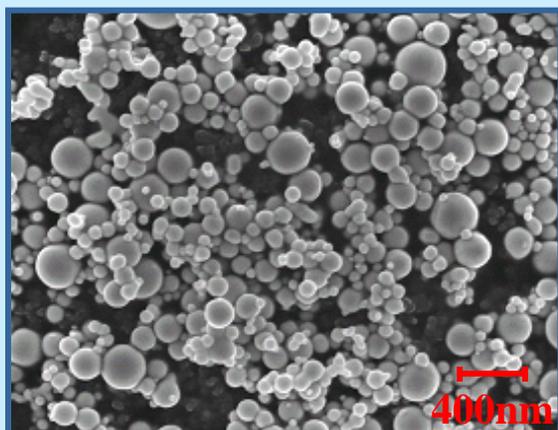
X線回折測定チャート



製造した粒子の分析例2

銅微粒子の分析

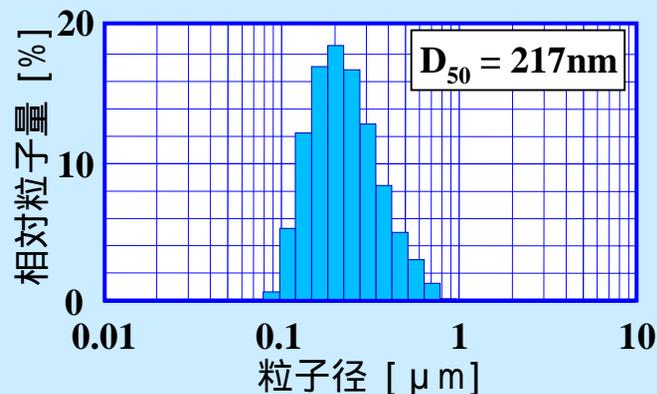
SEM観察像



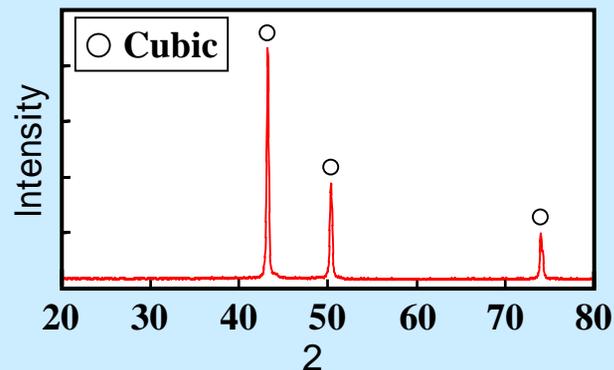
比表面積(BET法)測定

4.09m²/g (換算径164nm)

レーザー回折散乱式粒度測定

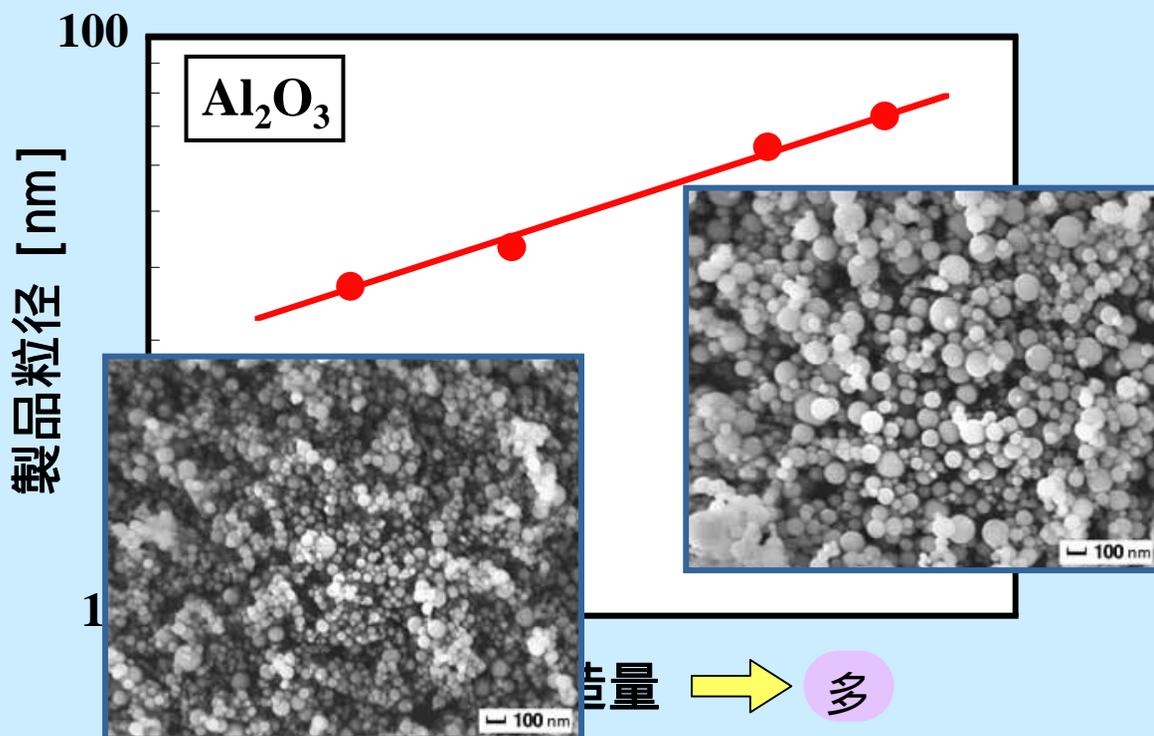


X線回折測定チャート



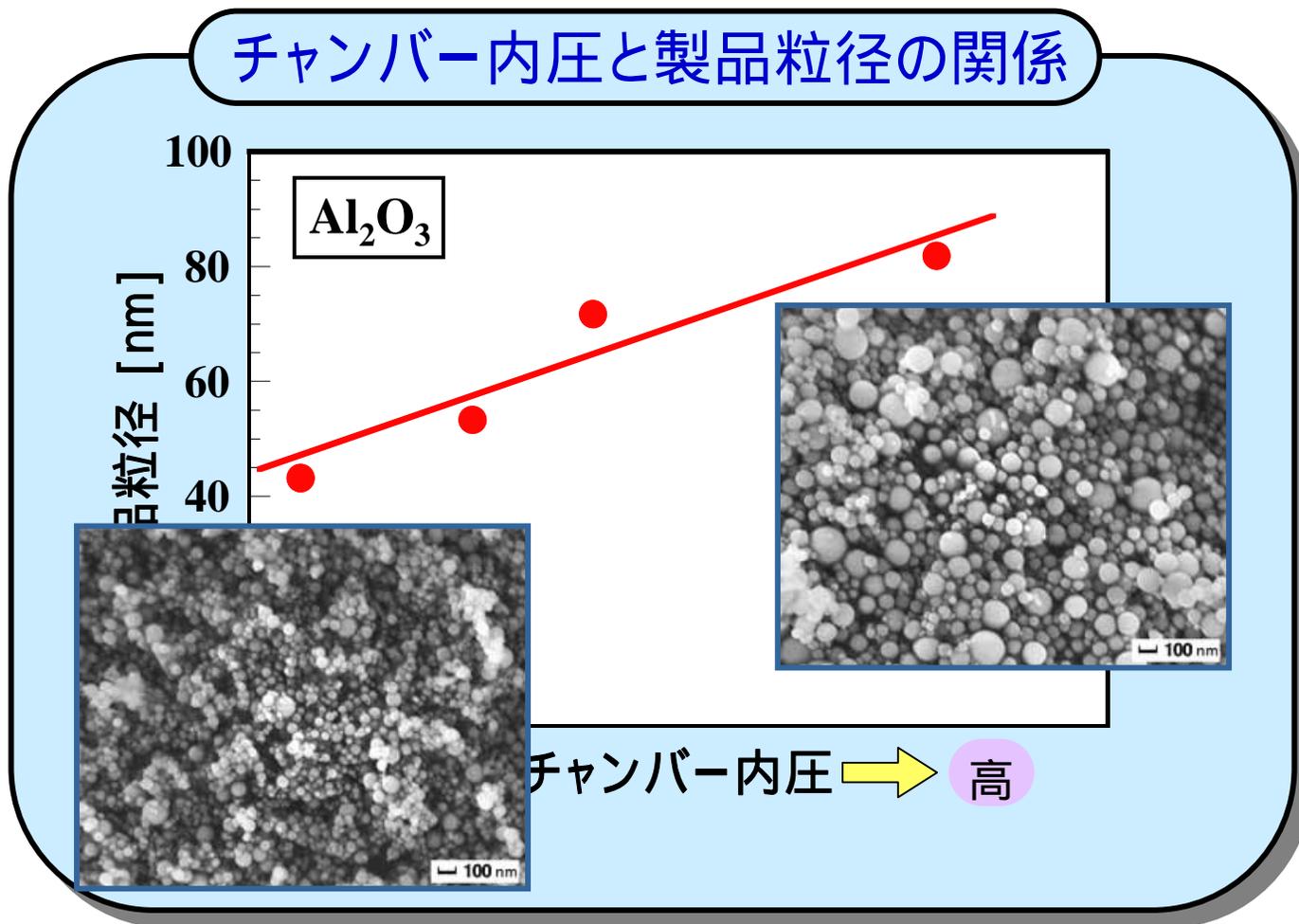
製造条件と粒子径の関係1

製造量と製品粒径の関係



製造条件と粒子径の関係2

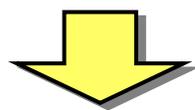
チャンバー内圧と製品粒径の関係



高機能化への提案

Nanocomposite Technology

粉体における総合的な技術、独創的なアイデアを駆使して、ナノ粒子の複合化を実現します。



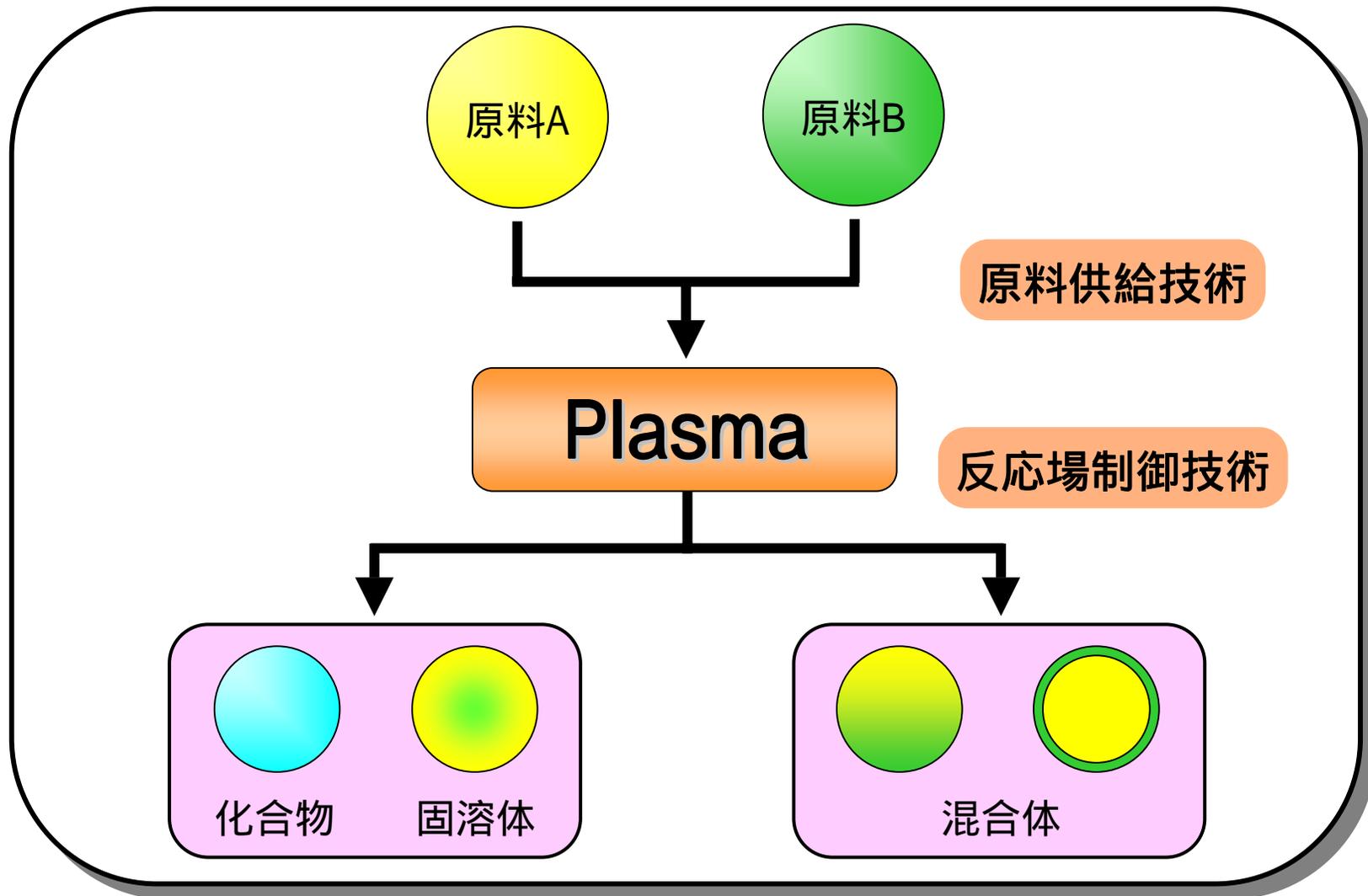
1. 複合ナノ粒子の製造技術

- ・ 化合物や固溶体を形成する粒子
- ・ 1つの粒子の中に複数の組成を持つ粒子

2. ナノ粒子のデポジット技術

- ・ マトリックス粒子へのデポジット
- ・ シートやウイスキーへのデポジット

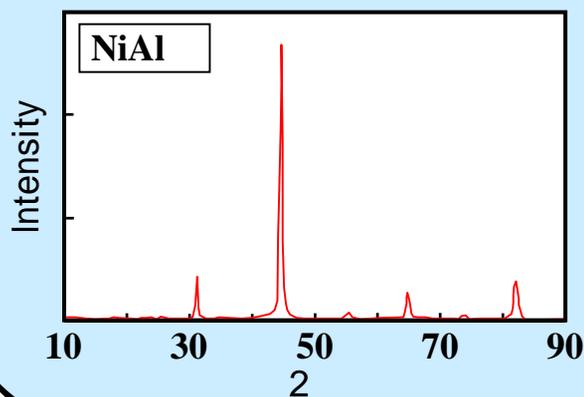
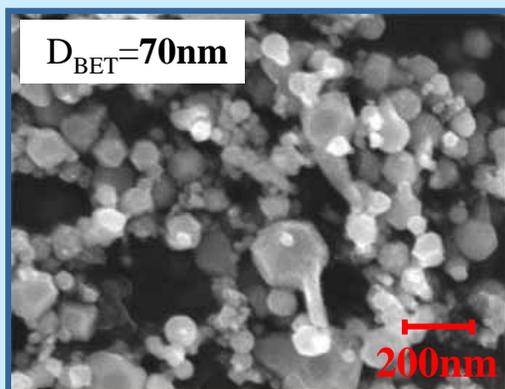
複合ナノ粒子の製造方法



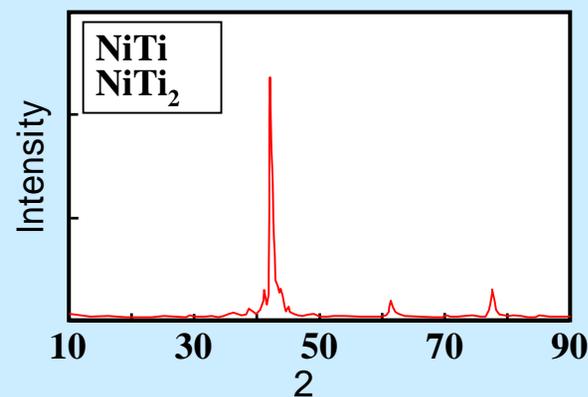
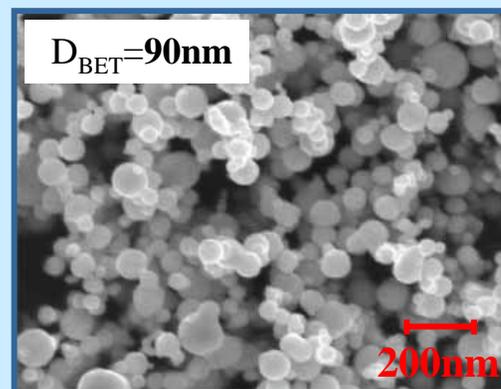
複合ナノ粒子の製造例 1

金属間化合物

Ni:Al=1:1

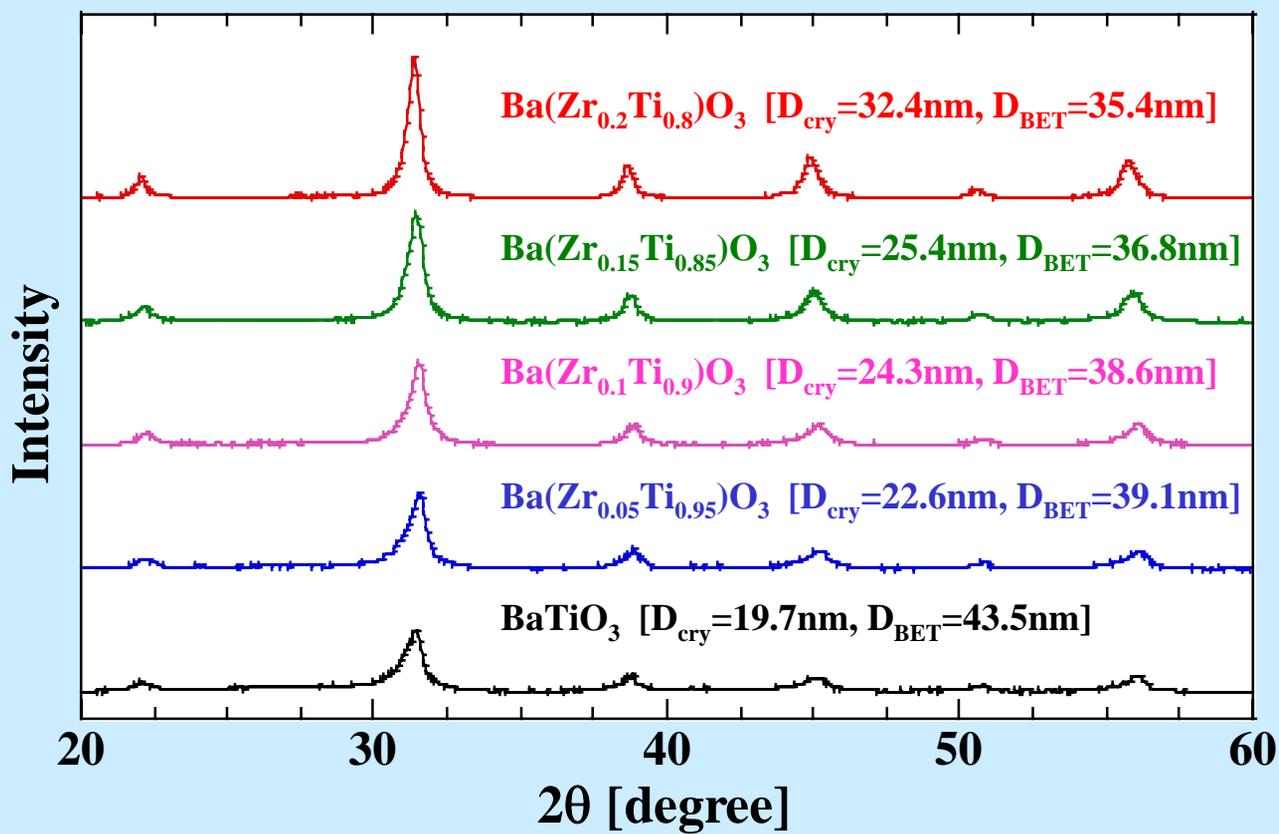


Ni:Ti=1:1



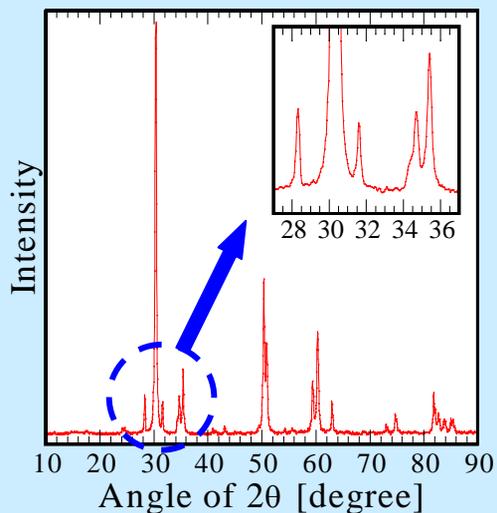
複合ナノ粒子の製造例2

酸化物固溶体 $\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$



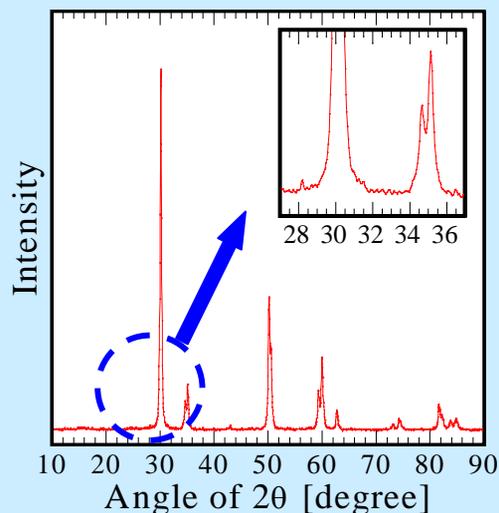
複合ナノ粒子の製造例3

酸化物固溶体 $ZrO_2 - Y_2O_3$



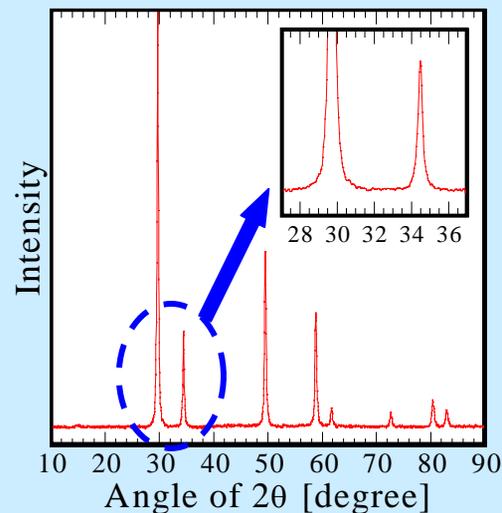
Y_2O_3 : 0mol%

単斜晶 + 正方晶



Y_2O_3 : 3mol%

正方晶

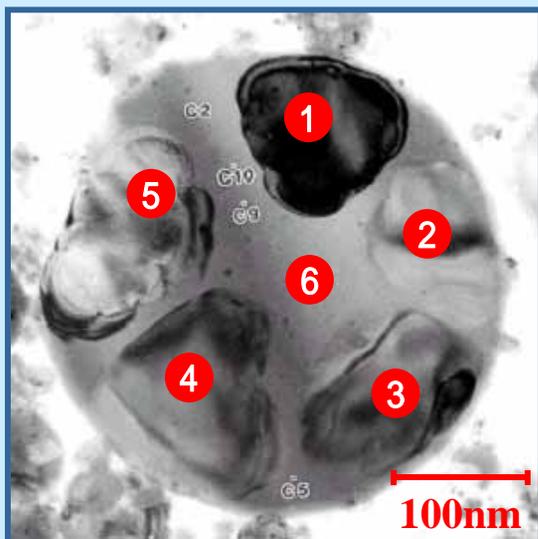


Y_2O_3 > 10mol%

立方晶

複合ナノ粒子の製造例4

複数の組成を持つ酸化物ナノ粒子



組成分析結果

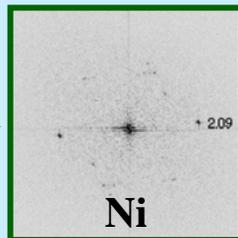
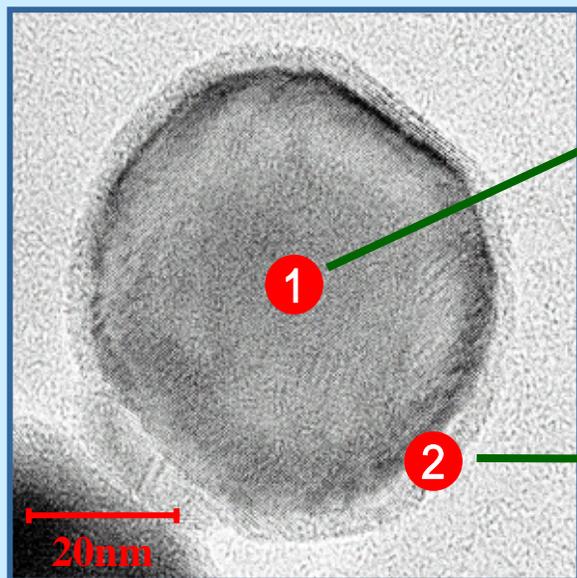
- | | |
|-----------|------------|
| ① 酸化カルシウム | ④ 酸化マグネシウム |
| ② 酸化バリウム | ⑤ 酸化バリウム |
| ③ 酸化カルシウム | ⑥ 酸化ケイ素 |

目的

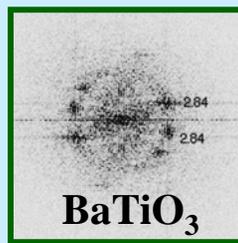
組成の偏析防止

複合ナノ粒子の製造例5

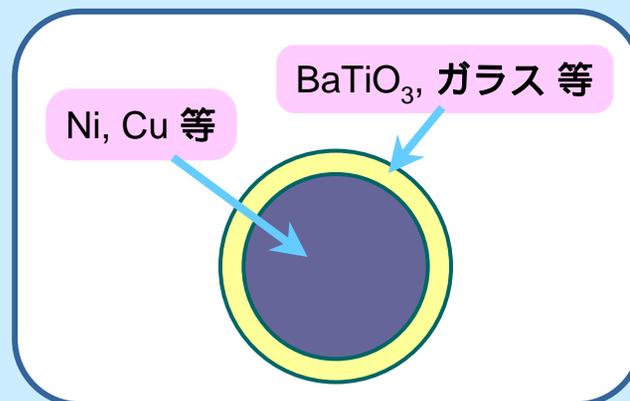
異種酸化物の膜で覆われた金属ナノ粒子



フーリエ変換像



フーリエ変換像

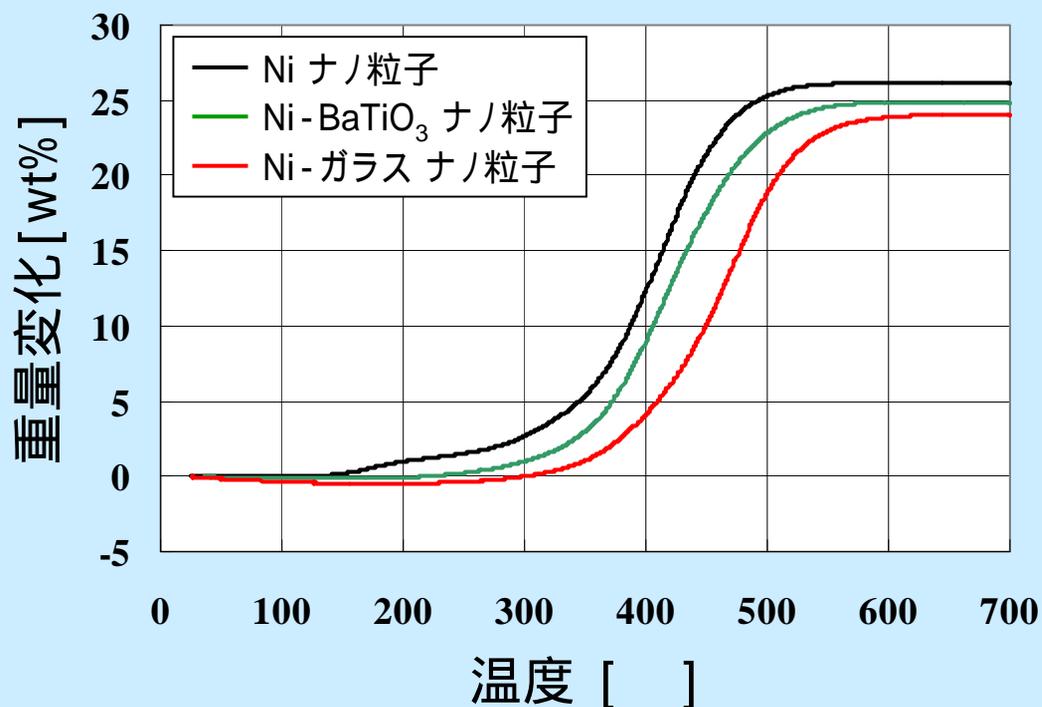


目的

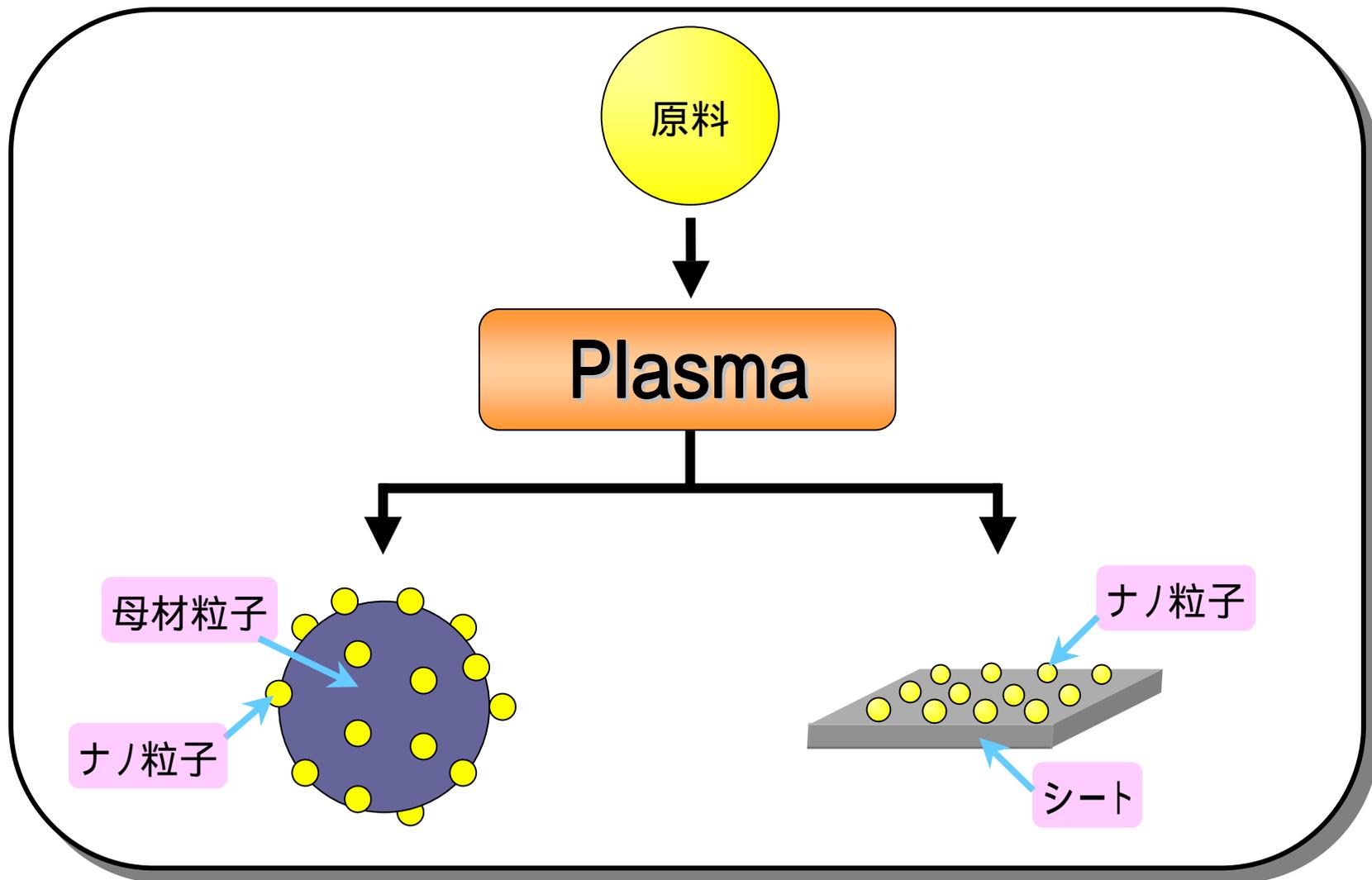
1. 金属粒子の耐酸化性の向上
2. 金属粒子の焼結抑制

複合ナノ粒子の製造例5

金属ナノ粒子の酸化増量変化

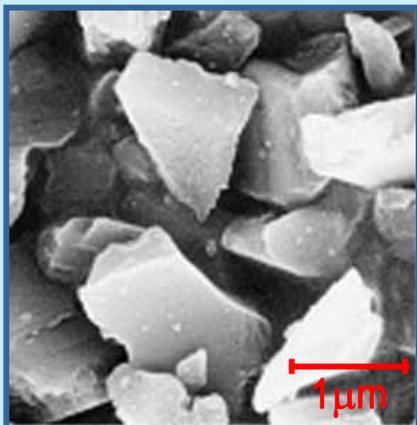


ナノ粒子のデポジット方法

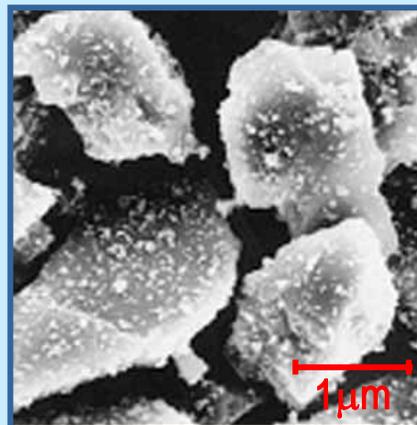


ナノ粒子のデポジット例 1

ナノ粒子を均一にデポジットした複合粒子



cBN原料



Tiナノ粒子をデポジット

目的

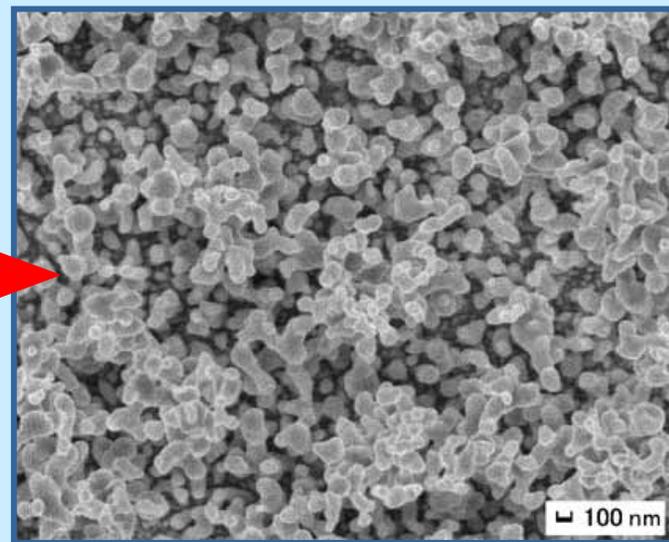
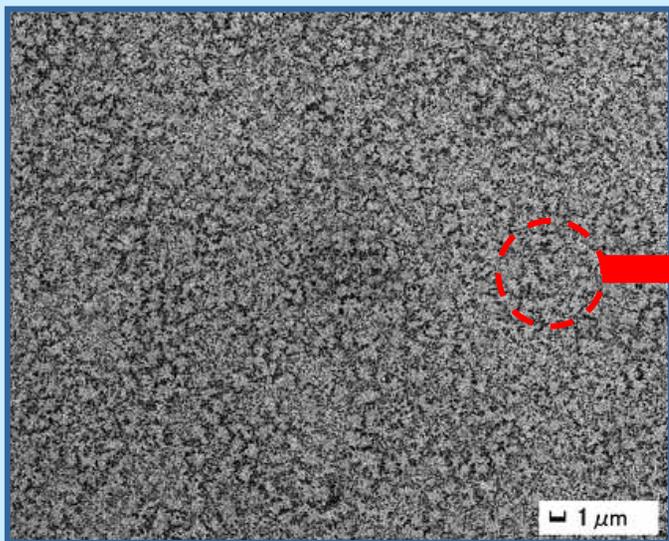
焼結助剤の均一分散

効果

切削工具の耐摩耗性向上

ナノ粒子のデポジット例2

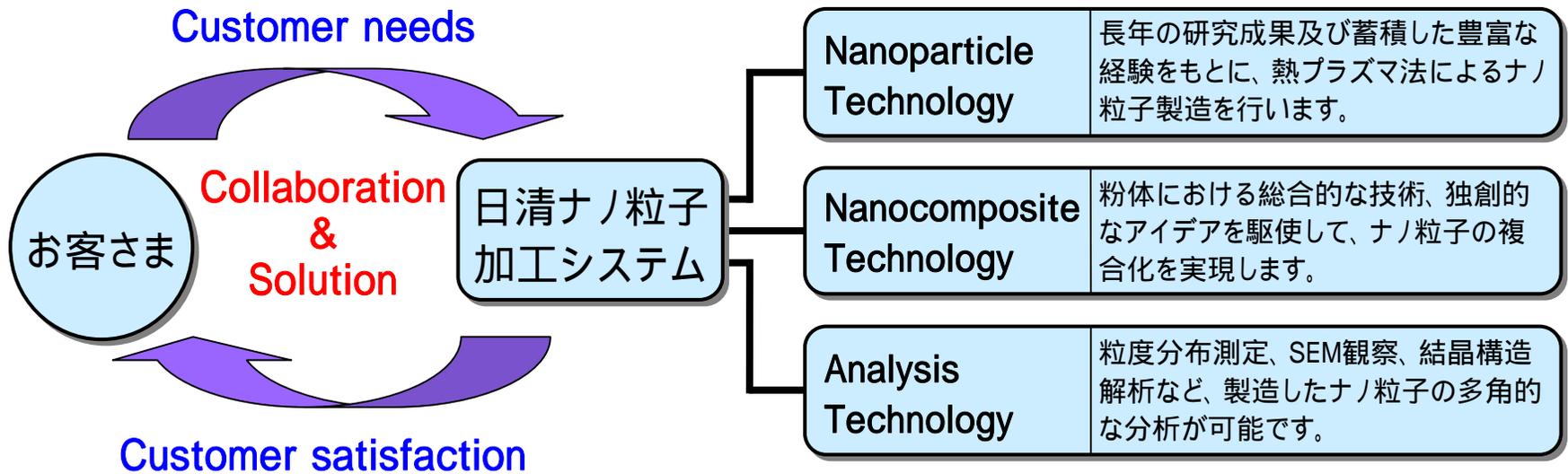
SUSシート表面にNiナノ粒子をデポジット



おわりに

日清ナノ粒子加工システム

お客さまのご要望をお聞きした上で、ナノ粒子の製造・加工を行います。ただ単にナノ粒子を作るのではなく、独自のテクノロジーを駆使し、お客さまが納得いくまでお手伝いさせて頂く、それが**日清の受託加工システム**です。



ご相談・お問い合わせは

049-264-3322

(上福岡事業所 粉体加工センター)

ホームページのアドレスは

<http://www.nisshineng.com/>