

- 経常研究 -

無機系産業廃棄物の有効活用による新事業創出

研究開発科 狩野伸自

1. はじめに

光触媒は光のエネルギーを吸収してはたらく触媒で、光の照射だけで有毒な有機化合物を水や炭酸ガスに分解することができる。その応用範囲は広く、環境浄化材料としても注目を浴びている。

現在、本県には高純度シリカを製造する企業があり、その製造過程の副産物として比較的純度の高いシリカガラス等（以下シリカ微粒子）が年間1300t以上も廃棄されている。シリカ微粒子は、耐熱性や光透過性及び耐腐食性を有しており純度 (SiO_2) が99%以上を示す微粒子で、微粉末である、取扱いが不便で、ほとんどが埋め立て処理されている状況であった。

本研究では上記シリカ微粒子を主原料とし、その表面処理を施すことで光触媒機能を示すナノ粒子（以下、チタニア被覆シリカ粉末）を開発し、県内企業の産業支援に貢献することを目的として行った。

本稿は、得られたチタニア被覆シリカ粉末の作製方法と光触媒機能（色素分解能力）について報告する。

2. 実験方法

2.1 シリカ微粒子の粉体特性評価

シリカ微粒子は、走査型電子顕微鏡によって表面観察を行い、X線回折装置を用いて結晶相の同定を行った。

2.2 チタニア被覆シリカ粉末の作製

光触媒機能を示すチタニア被覆シリカ粉末は、図1に示すフローで作製した。排出されたままのシリカ微粒子を無水アルコール溶液に加えて懸濁液とし、これにチタニウムテトライソプロポキシド（以下、アルコキシド）溶液を加えて混合後、室温で蒸

留水を加え、アルコキシドを加水分解させ、シリカ微粒子表面を被覆後に遠心分離機で固液分離した。その後、凍結乾燥法にて48時間乾燥した後、1000°Cで酸化焼成してチタニア被覆シリカ粉末を調製した。

2.3 光触媒活性（色素分解能力）の評価

得られた試料を、所定量（20mg）秤量し、暗所で0.05 mMに希釀したメチレンブルー水溶液（100ml）中に加えて、マグネットスターラーで攪拌しながら0.045mW/cm²の紫外線を4時間照射した。この懸濁液を3000rpm×25分間の条件で固液分離し、得られた上澄液のメチレンブルー濃度を自己分光光度計により測定し、反応前後の濃度変化か

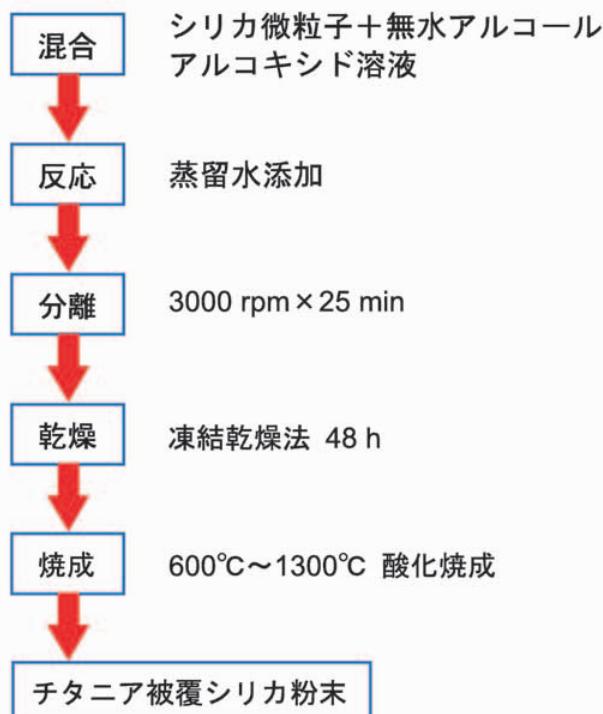


図1 チタニア被覆シリカ粉末の作製方法

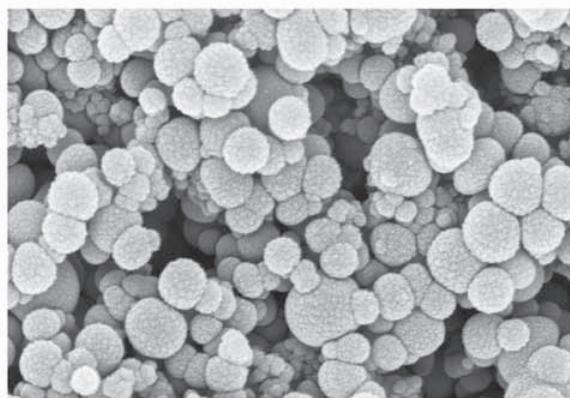


図2 シリカ微粒子の電子顕微鏡写真

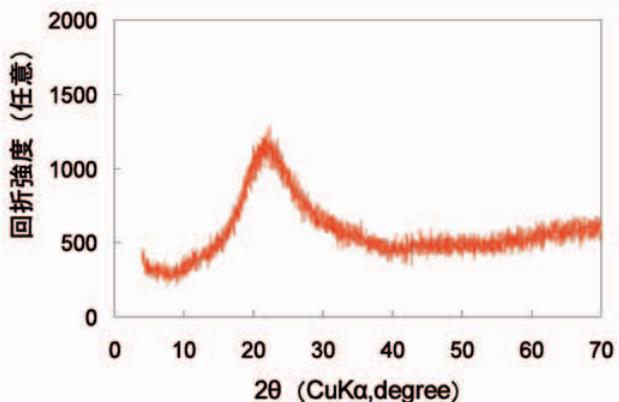


図3 シリカ微粒子のX線回折パターン

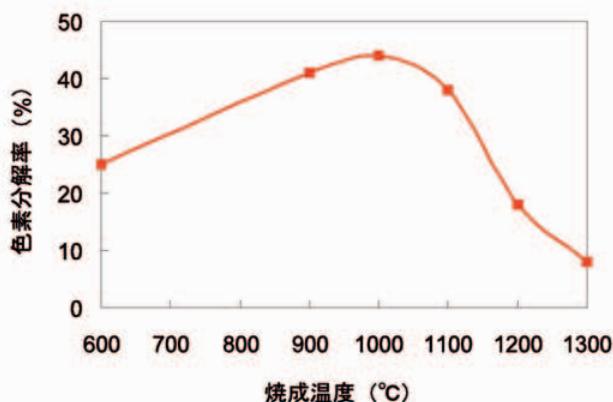


図4 焼成温度と色素分解率の関係

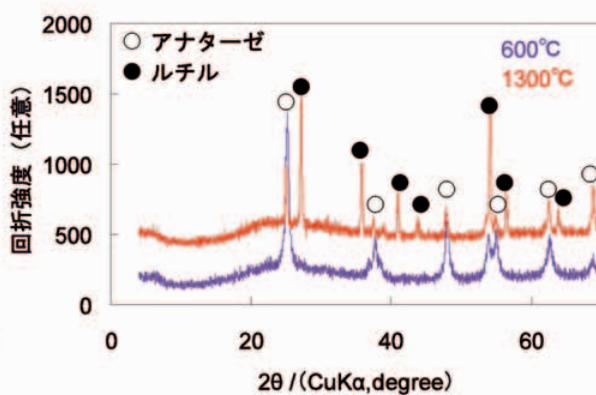


図5 各温度で焼成した粉末のX線回折パターン（青600°C、赤1300°C）

ら、試料の色素分解能力を評価した。なお、紫外線を照射しないときの濃度変化によりメチレンブルーの試料表面への吸着分を補正した。

3. 結果および考察

3.1 シリカ微粒子の粉体特性

シリカ微粒子は図2に示すように球状で粒径が10~300 nm（平均粒子径100nm）である。X線回折ではプロードなピークを示したことから非晶質であることが確認された（図3）。

3.2 チタニア被覆シリカ粉末の焼成温度と色素分解率評価

色素分解率の焼成温度依存性を調べる為、種々の温度で焼成した試料の結果を図4に示す。チタニア被覆シリカ粉末は、焼成温度の上昇に伴い色素分解率は増加した。1000°C焼成した試料が最も高い色素分解率を示した。それ以上の温度で焼成した試料は、色素分解率が低下した。その理由として、

1000°C以上になるとチタニア被覆シリカ粉末の表面積が減少したことと、アナターゼ相よりもルチル相の生成比率が増加している為、分解率が低下したと考えられる（図5）。

4. まとめ

(1) シリカ微粒子粉末の表面にアルコキシドチタンを被覆して、焼成すると光触媒活性（色素分解能力）を示すことが分かった。

(2) 1300°Cで焼成しても、低温で安定なアナターゼ相を維持することが分かった。

(3) 1000°Cで焼成したチタニア被覆シリカ粉末が最も高い色素分解能力を示すことが分かった。

(4) 1000°C以上の温度で焼成するとルチル相の生成が増加し、光触媒活性（色素分解能力）が低下した。

付記：本研究は長崎県環境部廃棄物・リサイクル対策課の行政要望課題として実施した。