

熔融マグネ小滴の4塩化チタンの還元反応による

新チタン製造法の研究

研究代表者 不破 章雄

(創造理工学部 環境資源工学科 教授)

1. 研究課題

本研究は、高純度チタン製造における反応時間短縮、高純度化技術のシーズとして有望な、Mg 小滴による TiCl_4 の還元反応の基礎的知見を得る研究である。本研究では、熔融 Mg 小滴を TiCl_4 の気体が導入されている円筒型の反応容器内に加圧付加させることで連続的に滴下し、導入することで、Mg 小滴の落下中に起こる還元反応により、Ti (固体)、 MgCl_2 (溶体) を得るものである。このことにより、反応界面である Mg 溶体の表面積の拡大や連続的な供給が可能であることから、反応界面積が増大し、反応速度の改善や、Mg 小滴と TiCl_4 の連続導入による操業の連続化、反応容器からの汚染低減の可能性により、チタンの高純度化に繋がる可能性がある。したがって、本研究の課題は滴下中の Mg 小滴と気体の TiCl_4 の反応における反応の効率性に関する知見、また、この反応による生成物の形状・組成に関する知見を得ることである。

2. 主な研究成果

2.1 TiCl_4 の Mg 小滴による還元反応実験

TiCl_4 の Mg 小滴による還元反応実験は、Mg 小滴と TiCl_4 の供給速度比を条件変数として行い、反応容器内部と底部の温度測定による還元反応の進行の確認、還元反応実験前後の試料と生成物の重量測定による反応効率解析、生成物の EPMA 分析、SEM 観察等を行った。

実験は Mg の熔融の確認後、Ar 加圧によって、るつぼ底部にあるオリフィスより熔融 Mg 小滴の供給と、気化器 (約 250°C 加熱) によって気化した TiCl_4 の反応容器内部 (Ar ガス充填) への供給により、還元を行った。実験条件は以下の表 1 の通りである。反応生成物は反応容器底部の捕集容器にて回収し、捕集容器内には、銀灰色の塊や粒を得ることができた。(図 1)

この塊を粉砕、塩酸に浸して、Mg 及び MgCl_2 の除去後、SEM-EDX にて観察・分析した結果より、Mg 小滴と同等の粒径の Ti 粒子の生成を確認することができず、本実験では $1\mu\text{m}$ ~ 数 μm 程度の微粒子状の Ti が生成し、この粒子間に Mg や MgCl_2 が混在し塊状となっていたものと考えられる(図 2、表 2)。また、各反応実験における重量測定を用いた反応効率を求めたところ、Mg 反応率が 5~75% 程度、 TiCl_4 反応率が 10~75% 程度となり、全ての実験において、期待していたような反応率 (Mg 反応率 > 60%, TiCl_4 反応率 > 90%) を達成する事は出来なかった。

以上のように目標としていた Mg 小滴と同様の大きさの Ti 粒子の生成を確認する事が出来ず、各実験における反応率が目標よりも低かった理由として、反応室の長さが短く、Mg 小滴が約 0.2~0.7 秒程度しか反応室空塔部に滞留する事が出来なかった事、反応室内の TiCl_4 濃度が充分でなかった事、反応ゾーンが Mg 小滴の軌跡近辺のみに限られ反応容器内部の径に対して非常に狭かった事等により、Mg 小滴と TiCl_4 の反応が十分に起きず、生成 Ti 粒子が元の Mg 小滴の大きさまで反応でき

なかったのではないかと結論付ける。

表 1 実験条件

オリフィス径 (mm)	0.2, 0.3, 0.5
Mg 装入量 (g)	90~190
TiCl ₄ 供給量 (g)	100~650
TiCl ₄ 供給速度 (g/min)	10~40
差圧 (kPa)	10~20



図 1 還元反応生成物

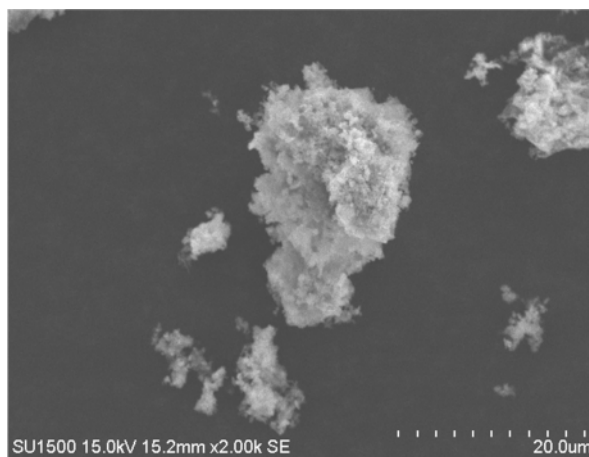


図 2 Ti 粒子の SEM 像

表 2 EDX 結果

元素	質量濃度 [wt%]	原子数濃度 [mol%]
O	27.33	52.08
Mg	2.72	3.41

Ti	69.94	44.51
トータル	100.00	100.00

3. 共同研究者

なし

4. 研究業績

なし

5. 研究活動の課題と展望

本研究の当初の目的を達成するためには、①Mg 小滴の定常的な生成条件を詳しく調査し、装置の改善を図ること、②Mg 小滴と TiCl_4 の接触機会及び反応時間を確保するため、滴下距離の増大を図ること、③滞空中の形状を保った状態の反応生成物の捕集回収を図ること、④生成 MgCl_2 と Ti の分離方法の考案等、反応工学的な改善を行った上で更なる研究を行う必要がある。