

RF プラズマ法による Ni ナノ粒子の作製

(¹九大院理, ²JAEA) ○山内 美穂¹, 北川 宏^{1,2}, 荒 邦章²

【序論】 ナノ粒子の粒径や形状を制御するためには金属間の相互作用に注目して、粒子の生成過程を知る必要がある。そのためには、金属を完全に気化させ、空間内部に生じる金属気体の密度分布、流速、流動状況を変化させながら生成するナノ粒子の性状を調べるのが良い方法である。フラッシュ蒸発法はナノ粒子を効率よく得るための良い方法であるが、加熱温度が最大 2373K(2100℃)と比較的低温であること、チャンバー内における冷却を制御することが難しいことから、ナノ粒子の生成過程を観測し、詳細に調査するには適していない。本研究では、ラジオ波による誘導熱プラズマ発生に基づく金属急速加熱・冷却装置を設計・製作し、ナノ粒子生成試験を実施し、冷却条件により生成するナノ粒子の粒径や形状などの生成形態を明らかにすることを目的とした。

【装置概要】 装置は 1:テーブル式粉末供給装置、2:高周波誘導熱プラズマ発生装置、3:プラズマ発生装置用ガスユニット、4:雰囲気制御ユニット、5:金属ナノ粒子製造チャンバーから構成される。図 1 に本装置におけるナノ粒子生成の流れを示す。高周波誘導熱プラズマ発生装置の真空度、ガス圧力は、プラズマ発生装置ガスユニットにより制御され、適切なガス圧力と誘導コイルへの電力供給により、約 10000 K のプラズマが高周波誘導熱プラズマ発生装置内部のプラズマトーチから発生する。粉末供給装置より高温のプラズマ内に金属粉末を供給することで、金属が過熱され、金属の高温気体が発生し、これをアルゴンガスで瞬時に冷却することにより、金属ナノ粒子製造チャンバー内部でナノ粒子が生成する。

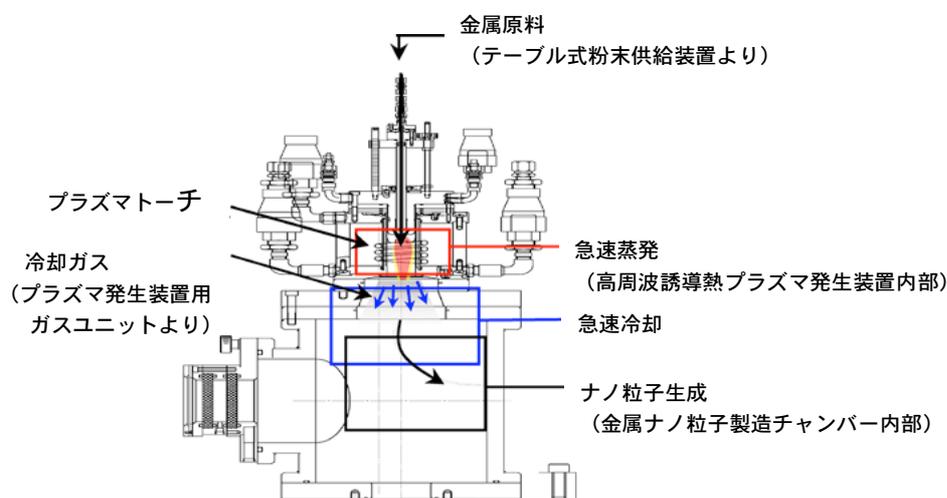


図 1 ナノ粒子生成の流れ

【実験】 作成試料は、原料および生成物としての取扱が容易なニッケル(Ni)を用いた。表 1 のような高温のプラズマ発生条件によりプラズマを発生させ、Ni 微粉末（直径 1 μm 以下）を急速に加熱・蒸発、急速冷却させることで黒色微粉末試料を作成した。プラズマ発生時間は約 20 分間とした。

粒子の生成過程を知るため、粒子生成時のチャンバー内の温度を測定した。はじめに、原料の Ni 微粉末を導入しない状態でプラズマを発生させ、チャンバー内壁面（底面より 10 cm、壁面より 1.5 cm、チャンバー内底面（底面から高さ 1 cm、中心より 7.6 cm、中心より右に 2 cm）の温度を K 熱電対で、チャンバー内最低面（最低面より 2 mm）の温度を ReW 熱電対で測定した。更に、ナノ粒子作成時にも壁面と底面の温度を測定した。

表 1 基本作動条件

チャンパー-圧力	Ar GAS	H ₂ GAS	Rad ¹⁾	Tan ²⁾	In ³⁾
P(MPa)	(L/min)	(L/min)	(L/min)	(L/min)	(L/min)
17	70	30	0	70	10

1),2),3)はガスリングにおける He ガス出口位置. Rad はプラズマのふくらみを制御、Tan はプラズマの長さを制御、In はプラズマと装置の接触を制御

【結果と考察】プラズマのみを発生させた場合、最低面から 1cm、中心から 7.6 cm の位置では、プレート電流を 4 A、水素を 5 Lmin⁻¹、および 4.5 A、水素を 20 Lmin⁻¹ の場合は、それぞれ 1087、958 K であったが、これらの条件から水素の流量を増加させると底面温度が低下することがわかった。一方、同条件における最底面の温度は上昇した。このことから、チャンパー内の底面の温度はかなり複雑な温度分布をしていると予想される。サンプル生成時のチャンパー内部の温度をみると、Ni 微粉末導入前は 983 K であったが、導入すると温度は上下しながらも低下し、8 分後には 833 K となった。試料の導入を停止すると温度は 800 °C に上昇した。このことから、プラズマのエネルギーが Ni 微粉末の溶解、蒸発に Ni ナノ粒子生成時に消費される為に変化し、その熱分布は試料を導入していないときとは異なることがわかった。

試験装置のチャンパー内のいくつかの場所で得られた試料の TEM 像と粒径分散を図 2 に示す。すべての採取場所で直径 10—20 nm 程度の粒子が得られた。採取場所により、粒径やその分布に大きな違いはなかったが、最も粒径が小さい粒子は試料回収部のフィルター内部で回収されたものであった。また、生成した試料の形状は、フィルター内部のもの以外はおおよそ球形ではあるが直径数十 nm の粒子と十 nm 以下の粒子が混合したものであることがわかった。

*本発表は、旧電源開発促進対策特別会計法に基づく文部科学省からの受託事業として、日本原子力研究開発機構が実施した平成 18 年度「ナノテクノロジーによるナトリウムの化学的活性度抑制技術の開発」の成果です。

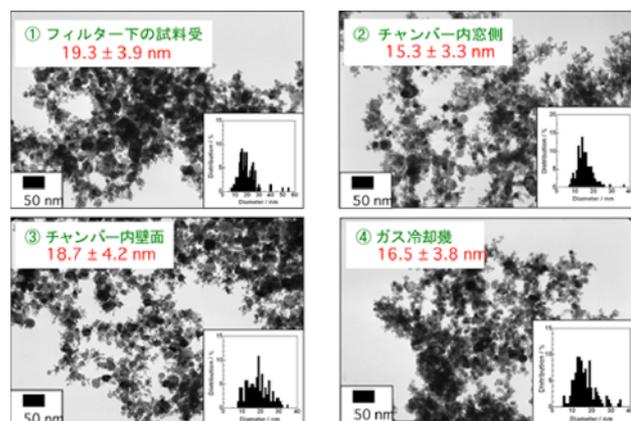


図 2 得られた Ni ナノ粒子の TEM 像