

3P079

3D プリンタを利用したナノ粒子生成装置の開発 (日大・文理) ○北村 剣、十代 健

Development of nanoparticle production apparatus with 3D printed nozzle

(College of Humanities and Sciences, Nihon Univ.) ○Ken Kitamura, Ken Judai

【序】量子サイズ効果を示すナノ粒子は、そのサイズや形状で電子状態が変化するため様々な生成方法が提案されている。本研究ではナノ粒子の生成法の中で物理的気相法のひとつであるマグネトロンスパッタ法に着目し、装置開発を行った。マグネトロンスパッタ法は、スパッタ法の中でも生成量が多いメリットがある。また、粒子径を制御するという点では、放電時の電圧と電流・アルゴンガスの流量や圧力をコントロールすることが重要となる。本研究では、マグネトロンスパッタ装置のスパッタ部下流に、3D プリンタを利用したプラスチック製ノズルを導入する工夫をした。このノズルの形状によって、スパッタ部のアルゴンガス圧は大きく左右されることになる。よってノズル形状を試行錯誤を重ねるのが一般的であるが、ここで試作が容易な 3D プリンタのメリットが活かせる。通常旋盤加工等一定の技術と手間が必要な試作を簡便化できることで、形状の最適化を容易に繰り返すことが可能となる。ノズル形状やアルゴンガス圧を最適化し、サイズの制御されたナノ粒子を必要量生成できる装置を目指した。

【実験】開発した装置の概略図を Fig.1 に示した。真空チャンバー上部のスパッタ部でターゲットとなる金属試料へマグネトロンスパッタを行い、その下流にプラスチックノズルを取り付け、最下部の蒸着部にて蒸気圧の低い液体を入れたスクリー管瓶や結晶さらで回収できるようにしている。スパッタ源は O リングタイプの直線タイプモデル(Lesker, TM1AS10)を用いており、スパッタ装置に取り付けたガス流量コントローラー(HORIBA, SEC-E40)・ピラニー圧力計(EDWARDS, APG-M-NW16)といった制御機器はシリアル・ペリフェラル・インタフェース(SPI)接続を介して、またスパッタ用電源は USB 接続を介して安価なコンピュータである Raspberry Pi(Raspberry Pi 2, Model B, 1GB RAM)で制御した。SPI 接続ではアナログ-デジタルコンバータ(ADC)の MCP3002-I/P(2ch 10bit)、デジタル-アナログコンバータ(DAC)の MCP4922-E/P(4ch 12bit)を用いて、C++言語で作成した

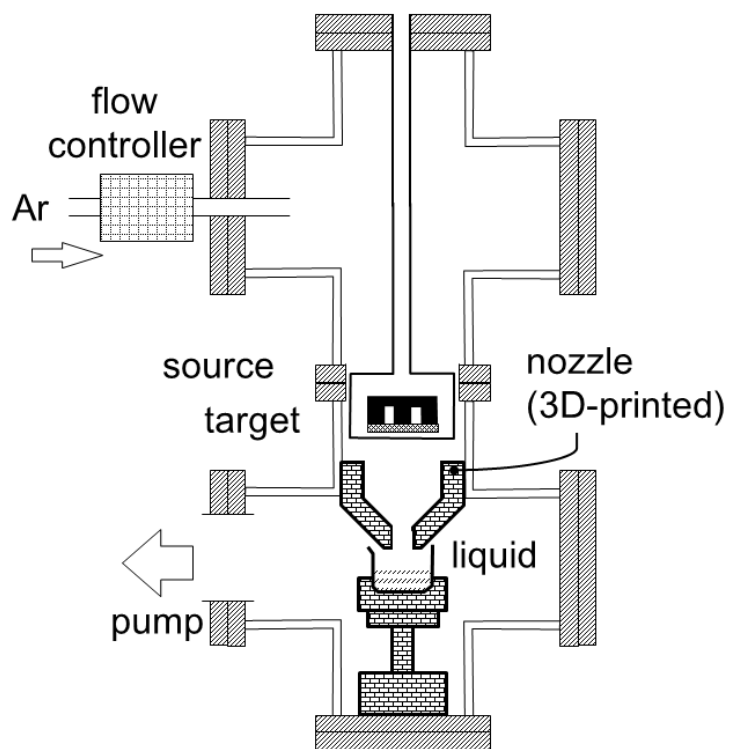


Fig.1 装置概略図

プログラムと通信している。また、Qt 4.8.7 を用いて Fig.2 に示すようにグラフィカルな制御が行えるようにしている。本装置ではスパッタ源のノズル以外に蒸着部の高さが調整できるような結晶さら用の台座も 3D プリンタで作成したものをしている。

前処理としてロータリーポンプで 2 時間の吸引を行い、 10^{-4} Torr 程度までチャンバー内の圧力を下げた。前処理後、アルゴンガス流量を設定しガス圧の安定を待ってから、直流電圧を印加し放電を起こした。10~30 分間の放電により、ナノ粒子を蒸着した後で大気開放した。真空チャンバーよりナノ粒子を蒸着した結晶さら内の液体を回収し、紫外可視吸収スペクトルを測定した。スパッタした粒子を蒸着する媒体として、液体である平均分子量 400 のポリエチレングリコール[$C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1}$] (PEG400) を用いた。これは液体を用いることで回収後の紫外可視吸収スペクトルの測定を簡便にするためであり、ポリエチレングリコールは蒸気圧が低いいため真空チャンバー内でも使用可能である。また本研究では金属試料としては金のみを使用している。

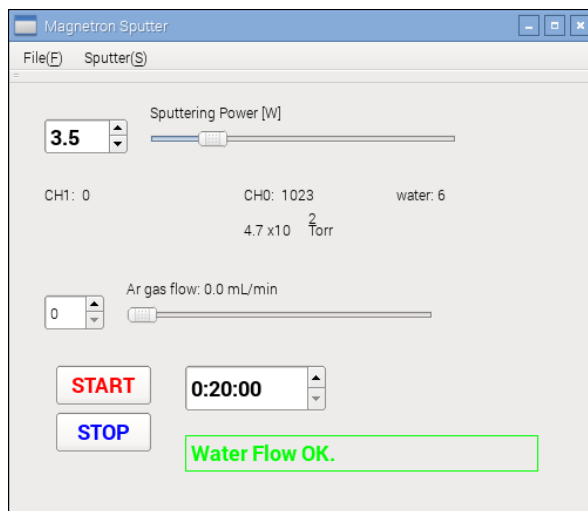


Fig.2 Qtによるプログラムの制御画面

【結果と考察】 $\varnothing 5\text{mm}$ 穴を持つノズルを 3D プリンタで作成し、Sputtering Power 3.5W（平均電圧 280~300V, 平均放電電流 0.010~0.012A）、時間 20 分間、ガス流量 6.0mL/min、スパッタ中のガス圧 7.2×10^{-2} Torr の条件下で蒸着を行った。蒸着後大気開放し、取り出したポリエチレングリコールの蒸着物の紫外可視吸収スペクトルを測定した。その結果を、Fig.3 に示す。540nm 付近に観測したピークは金ナノ粒子のプラズモン吸収における特徴的なピークであり、本実験装置において 20 分という短時間の蒸着であっても光学的に分析可能な十分量の金ナノ粒子生成に成功していることを示している。

今回の実験では真空中に 3D プリンタで作成したプラスチック製のノズルを導入しているが、本来プラスチックは一般的な真空用材料と比較して吸着ガスの脱離量が大きく、それがスパッタリングの際に影響を与えることも危惧された。しかし本セットアップではロータリーポンプによる真空度であり、問題なくスパッタリングが可能であることが分かった。

3D プリンタを用いたマグネトロンスパッタ法によるナノ粒子生成装置の開発に成功したので、次は 3D プリンタによるノズルの最適化でナノ粒子のサイズを制御していくことに取り組んでいく。

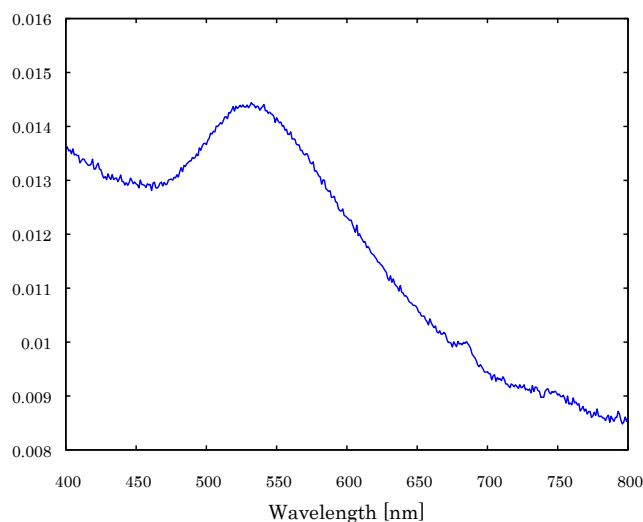


Fig.3 PEG400中に蒸着した金の吸収スペクトル