

大気中でのナノ粒子連続合成に向けた大気圧プラズマプロセスの開発

Development of atmospheric-pressure plasma process to continuously prepare nanoparticle in open air

○清水 禎樹、川口 建二（産総研ナノシステム）

○Yoshiki Shimizu, Kenji Kawaguchi (Nanosystem RI, AIST)

E-mail: shimizu.yoshiki@aist.go.jp

我々の研究グループでは、室温・大気圧環境下で行う物理的なプロセス（レーザー/プラズマプロセスなど）でのナノ粒子合成法を開発しており、その一つとして、直径がサブ mm～数 mm 程度の微小な大気圧プラズマジェットを利用したナノ粒子合成プロセスの開発に取り組んでいる。大気中で安全かつ容易に、様々な種類のナノ粒子が合成できるプロセスの開発を目指しており、これまでに、ワイヤーを主原料に利用するナノ粒子合成法を開発している [1,2]。この合成法は、金属ワイヤーを挿入した放電管内でプラズマを発生させ、金属ワイヤーの加熱蒸発またはスパッタエッチングで生成する化学種をプラズマ下流の低温域で凝縮させてナノ粒子を合成する手法である。金属ワイヤーの特性と合成する材料種に合わせてプラズマの発生条件（投入電力、連続発生、パルス発生、反応性ガス導入など）を整えると、様々な材料のナノ粒子を合成する事が可能である。しかしながら、微小な放電管内壁への堆積や目詰まりが招くプラズマの不安定放電、ワイヤーの消耗に伴う放電条件の経時変化による合成ナノ粒子のサイズ変化などが課題として残されている。

そこで本研究では、原料ワイヤーから長時間連続的に均一なナノ粒子を合成することを目的とし、プラズマの安定放電に影響が無い放電管外部でワイヤーをプラズマ蒸発させ、下流域で凝縮・ナノ粒子合成する手法を検討した。

図 1 に、本研究で用いた装置の模式図を示す。プラズマの安定放電を維持させるための内部電極（タングステンワイヤー、 $\phi 0.3$ mm）を挿入した放電管（アルミナ製、内径 1.5 mm）に、アルゴンおよび水素/アルゴン混合ガスを供給し、アルミナ管周囲の電極に高周波（UHF、450 MHz）を印加して、大気中でプラズマジェットを発生させた。放電管の下流 1 mm の位置で、プラズマジェットの横方向からナノ粒子の主原料となる金属ワイヤーを供給し、プラズマ蒸発させ、生成した化学種の凝縮により生成したナノ粒子を、ジェット下流 20 mm の位置に設置したシリコン基板上に堆積・捕集し、電子顕微鏡等で評価した。今回の研究では、本手法によるナノ粒子合成の最初の試みとして、亜鉛ワイヤー（ $\phi 0.5$ mm）からのナノ粒子合成を行った。

図 2 は、3.9 vol% 水素/アルゴン混合ガスを 500 sccm で供給し、30 W の UHF 出力で発生させたプラズマで合成したナノ粒子の TEM 像である。直径 10 nm 以下のナノ粒子の合成が確認された。TED や EDS による解析では、これらは結晶化した酸化亜鉛ナノ粒子であることが示された。蒸発生成した亜鉛の化学種が下流域で凝縮する際に、大気由来の酸素と反応し、酸化亜鉛ナノ粒子が生成したものと考えられる。当日の発表では、プラズマの発生条件と生成ナノ粒子のサイズ・形態変化との関連性や、サイズ分布などについても発表する予定である。

【参考文献】

1. Y. Shimizu et al: Surf. Coat. Technol., **200**, 4251-4256 (2006)
2. Y. Shimizu et al: Appl. Phys. Lett., **94**, 191504-1-3 (2009)

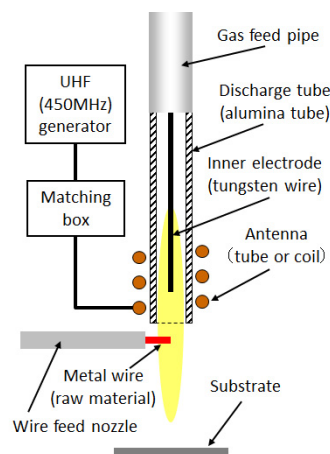


図 1：実験装置の模式図

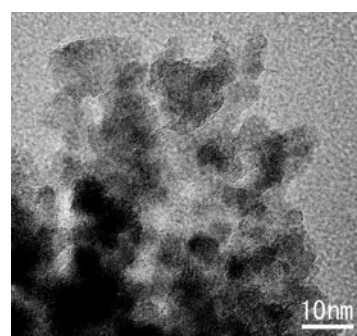


図 2：本手法で合成された酸化亜鉛ナノ粒子の TEM 像