

## (34) 超微粒子アトマイゼーション生産技術の研究開発

研究代表者 工学部 加藤 泰生

### 1. 研究目的

多機能物質・材料の創成のための生産技術は、その生産プロセスの理解とともに物性の理解を要する。またその創成のための素材として基本形態は超微粒子状態（ナノメートルオーダー）がハンドリング性、材料の均質性、成形の容易さなどから最も適した大きさではないかと思う。これらを総合的に理解し、目的に合致した超微粒子アトマイゼーション（微粒子創成）するための生産技術ならびにその応用技術の指針的データの採取のため、研究開発するものである。基本的には金属蒸気あるいはプラズマ状態による創成技術であり熱工学的アプローチで制御できる装置の考案を目指す。具体的物質としては、酸化モリブデン、酸化マグネシウムの煙微粒子と酸化ビスマスの煙微粒子の融合、あるいは、銅-アルミ (Cu-Al) 系の合金を融合させて新機能を有するであろう材料を創成するための生産設備モデル構築の研究開発を進める。

### 2. 研究方法

#### 1. 目的微粒子の F.S.

どのような機能性を材料に求めるのか？

機能性がどのようにして材料に付与されるのか？

機能性が如何に発揮されるのか？そのメカニズムなどは？。

機能性材料の応用場所は？。

機能性材料生産には如何な方法があるのか。

#### 2. 創成材料粒子の熱工学的性質の精査

比熱、熱伝導率など基礎熱物性の計測。

#### 3. 基本的には金属蒸気あるいはプラズマ状態による創成技術であるが熱工学的アプローチで制御できる装置の考案。装置の基本仕様の決定、装置の基本設計、装置の製作、装置の基本性能検査、研究開発の基礎資料の作成。

4. 金属煙あるいはプラズマガスの混相流を温度コントロール・圧力コントロールしてアトマイゼーション化し、核微粒子の成長を促す。創成過程における状況の可視化画像解析のため高速ビデオ使用。温度制御、圧力制御、絞り制御、流速制御などの環境条件の最適化。

#### 5. 生産過程に必要な環境条件の設定。

真空容器の大きさ、バッチ処理の程度、創成物質の生産量、微粒子の粒径分布などに電子顕微鏡等の使用。

#### 6. 創成物質の物性

熱輸送的性質、力学的性質などの計測による原物質との比較。

#### 7. 応用成型法の開発

どんな方法で、どんな形の、何に使われる製品を作るのか。

### 3. 得られた成果と産業技術への貢献

本年度は1. 目的微粒子の F.S. と 3. 金属蒸気状態による創成技術；熱工学的アプローチで制御できる装置の考案。装置の基本仕様の決定、装置の基本設計。が主である。

対象とする粒子は、粒径がほぼ200~300Å程度から数千Å、ときには数μm程度に及ぶ範囲内にある。“超”微粒子とよばれるものよりははるかに大きい金属微粒子が大部分であるが、少数の半金属、半導体の粒子が含まれている。すべて希ガス中蒸発法によってつくられた微粒子を対象とする。

「微粒子の煙粒子作成装置」

低圧の希ガス（例えば圧力が1Torr から100Torr に及ぶ He や Ar など）中で金属物質を加熱蒸発すると、当該物質の微粒子が煙となって広がり、大部分は自然対流で上昇する。図1に標準的な金属の煙粒子作成装置を示す。真空蒸着の場合と異なり、粒子は自

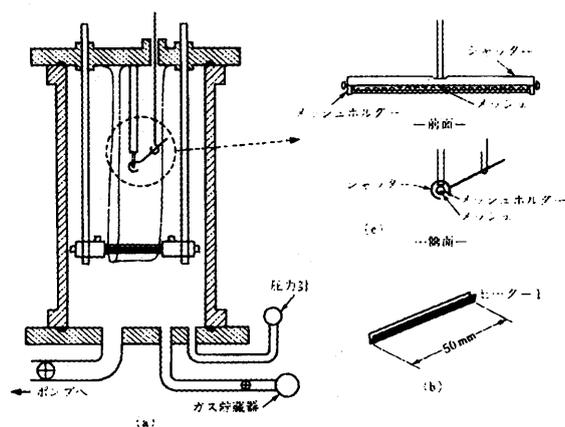


図1 煙粒子作製装置, V字型蒸留発源および電顕用試料採高方法

由空間で核形成されそこで成長を完了する。粒子の大きさは蒸発時の諸条件によって大きく左右される。微粒子の大きさ(平均粒径や粒径分布)は、蒸発される物質の種類や分量も含めてさまざまな因子に支配される。その粒径分布に影響する主要な因子は次の四つと考えられている。

- 1) 希ガスの種類
- 2) 圧力、
- 3) 蒸発温度、
- 4) 粒子を捕集する場所の蒸発源に対する相対的な位置である。

実験結果はだいたい次のように要約される。文献によると、i) 希ガスの種類を変えた場合、He, Ar, Xeの順に平均粒径が大きくなる。ii) 希ガスの種類を一定に保った場合は、希ガスの圧力が高いほど、また蒸発温度が高いほど平均粒径は大きい。iii) 蒸

発源と微粒子を捕集する場所との距離が長いほど平均粒径は大きい。また煙の中のどの部分で捕集するかにもよる。ただし、ii) と iii) はある限度内のことであってそれを超えると飽和してしまう。などが分かっている。

単体微粒子の特性に関して、現在までに約24種類の元素の微粒子についてその外形、結晶構造などが電子顕微鏡電子回折法またはX線回折法などによって調べられている結果を表1に示す。関連文献は省略される。(参考文献参照)

参考文献

神保元二 他5名編集: "微粒子ハンドブック", (1991) 朝倉書店

グループメンバー

氏名	所属	職(学年)
加藤 泰生	工・機械工学	助教授
羽田野袈裟義	工・社会建設	助教授
郭 中慶	理工・機械工学	M2
中倉 英雄	工・応用化学	助教授

連絡先

TEL: 0836-35-9902

E-mail: ykatoh@mechgw.mech.yamaguchi-u.ac.jp

表1 希ガス法蒸発法でつくられた単体微粒子の特性

元素名	色	酸化被膜	外形	格子	元素名	色	酸化被膜	外形	格子
Be	薄い灰色	BeO	六角板状の薄片(第一六方柱をc軸に垂直に薄く切ったもの)	六方稠密格子 (a-Be)	Zn	灰白色	ZnO	六角形の輪郭をもつ多面体	六方稠密格子
			菱形十二面体(出現頻度は小さい)	体心立方格子 (β-Be), または α-Be.				六角形ないし三角形の板状結晶	
Mg	灰白色	MgO	菱形十二面体にきわめて近い多面体(出現頻度は小さい)	単斜晶系**	Ga	灰白色		球	単晶質
			六角板状(第一六方柱をc軸に垂直に薄く切ったもの)	六方稠密格子				Ge	
Al	黒		12枚の(10, 1)面で面取りした第一六方柱, その他の各種の複雑な多面体	面心立方格子 (a-Al)	Se	えんじ			球
			立方八面体	面心立方格子 (a-Al)				Ag	明るい灰色
Si	黒		24枚の(311)面で囲まれた三・八(または六)面体を(111)面で面取りした多面体	ダイヤモンド構造	Mo				
			菱形十二面体, およびそれを(100)面で面取りしたもの	体心立方格子 (a-Si)				Cd	明るい灰色
Cr	黒		立方体または立方体	体心立方格子 (a-Cr)	In	黒			
			菱形十二面体	A-15型** (d-Cr)				Sn	灰色
Mn	黒		三・四(さんし)面体	α-Mn	Te	黒			
			菱形十二面体	β-Mn				Au	黄色
Fe	黒	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	複雑な多面体	面心立方格子 (a-Fe)	Pb	黒	PbO (鉛花精)		
			多量双晶粒子(五角十面体), 三角板状の薄片	面心立方格子 (γ-Fe)				Bi	黒
Co	黒		多量双晶粒子(五角十面体, 二十面体)	面心立方格子	Ni	黒	NiO		
			六角形ないし三角形の板状結晶	六角形の輪郭をもつ多面体				Cu	うす赤
Ni	黒	NiO	六角形ないし三角形の板状結晶	六角形の輪郭をもつ多面体	Cu	うす赤	Cu <sub>2</sub> O		
			六角形ないし三角形の板状結晶	六角形の輪郭をもつ多面体				Bi	黒

\* 斜方十二面体ともいう。英語の rhombic dodecahedron のことであるが、以降本書では常に「菱形十二面体」と書く。

\*\* 希ガス中蒸発法でつくられた微粒子中で初めて見出された当該元素の結晶構造。