

8. 金属ナノ粒子材料製造装置の開発

株式会社菅製作所	○菅 育正	ものづくり技術支援 Gr	○高橋志郎
株式会社菅製作所 SED部	成島 隆	応用技術支援 Gr	田谷嘉浩
アリオス株式会社 開発部	佐藤 進	ものづくり技術支援 Gr	下野 功
北海道大学大学院工学研究院	米澤 徹	応用技術支援 Gr	菅原智明

1. はじめに

情報通信機器分野のプリント配線において小型化・高密度集積を図るための手段として、導電性金属ナノ粒子ペースト材料を用いた電子部品が今後主流になり、現在も様々な分野において活用が進んでいる。金属ナノ粒子は、従来の微粉末粒子に比べて、①粒径が小さく微細構造を作ることが可能、②緻密化が可能であり高性能、③滑らかな表面性状が得られる等様々な利点が挙げられる。

電子部品の場合、高い純度が必要とされるが、従来技術である金属水和物の化学合成法（化合物還元法）では、大量の粒子を製造することが可能であるものの、還元剤を使うためこれを完全に除去することが困難で不純物が多い。本提案の「マイクロ波液中プラズマによる金属ナノ粒子製造法」は、マイクロ波を水中の金属塊に向けて発生させることによりナノ粒子を得る方法（液中蒸発法）で、粒子の生成速度が速く、設備費が安価であること、また、生成する金属ナノ粒子は非常に純度が高いということから、これらの問題を解決できる。

本研究では、液中蒸発法の技術を用いて情報通信機器の実装技術である印刷配線技術の高機能化のための高品質な金属ナノ粒子材料製造装置の開発を行い、一定の成果が得られたことから報告を行う。

2. 成果の概要

2.1 ナノ粒子の製造方法

現在、ナノ粒子を作製する方法としては、化学的蒸発法、液相法、レーザーアブレーション法などが提案されているがいずれの作製方法も、製造コストが大きく、大量生産には向かない、あるいは純度が低いことなどから安価なナノ粒子材料の供給が得られにくいのが現状である。そのため、高品位なナノ粒子を安価で大量に生産可能な液中蒸発法に着目した。

液中蒸発法では、液面直上に挿入した電極棒にマイクロ波を導入して空中でプラズマを励起し、電極棒を加熱・蒸発させる。そのため、電極棒には、作製するナノ粒子材料を使用する。金属棒から作製されるナノ粒子は高純度であるが、電極棒の加熱により電極棒周辺も加熱されるので、電極棒周辺部での融着や電極棒周辺部品の熔融が起こる問題がある。また蒸発した量を補うために電極棒を一定速度で溶液直上に送り出さなければならないので、電極棒の蒸発量と繰り出し速度の精密な制御が液中蒸発法の課題であった。

試作したプロトタイプ液中蒸発法ナノ粒子製造装置の外観写真を図1に示す。左側にマイクロ波電源や制御装置、中央に金属棒繰り出し装置、電極およびナノ粒子を製造するリアクター容器、右側にフィルター付きナノ粒子回収装置（+冷却水循環温度制御装置）を配した。リアクターの容量は1リットル程度である。

2.2 液中蒸発法によるナノ粒子の生成条件の探査

本装置のマイクロ波電源の周波数は2.45GHzであるが、マイクロ波を任意の周期で、任意のデューティ比率でパルス出力するモードを持たせたことを特徴とする。そこで、マイクロ波の出力がナノ粒子径に与える効果について、パルス間隔100～5000 μ s、デューティ比5～30%の組み合わせで試験を行い、生成条件を決定した。

2.3 マイクロ波放電の観察

ナノ粒子の生成は、液面にできた気泡中で行われるが、その原理を図2に模式的に示す。このとき、マイクロ波放電によるプラズマの挙動は、電極棒と液面間距離によって大きく影響される。このこと

を観察するために、電極部を液面より離れた位置においてマイクロ波放電を起こし、高速カメラでプラズマの挙動を観察した結果、プラズマによる気泡が確認された（図3）。これより、ナノ粒子を生成するプロセスは、マイクロ波を電極棒先端に集中させると、電極棒の発熱が起こり、その熱により水溶液の一部が蒸気となって気泡を形成する。このとき、Cu 電極棒の先端からは Cu が蒸発し、気泡内に蒸気となって混入する。気泡の成長＝肥大化と共に、気泡中には多くの Cu 蒸気が含まれる。ある程度気泡が成長したところでマイクロ波の供給を止めると、熱源を失った気泡は急激に収縮し気泡が破裂する過程で Cu 蒸気は飽和点を超え、水溶液中に溶解し凝集して結晶化する。こうしてナノ粒子が生成されることがわかった。

本装置により得られたナノ粒子の EDX 分析結果を図4に、SEM 写真を図5に示す。これらの結果より、高純度で微細なナノ粒子の製造が可能となったことがわかる。

3. まとめ

液中プラズマ蒸発法による金属ナノ粒子製造装置の開発を行い、各種の調整、試験を行うことで連続的に金属ナノ粒子の製造が可能となった。今後、いくつかの改善を行うことで量産が可能になると考えている。



図1 試作した液中蒸発法ナノ粒子製造装置

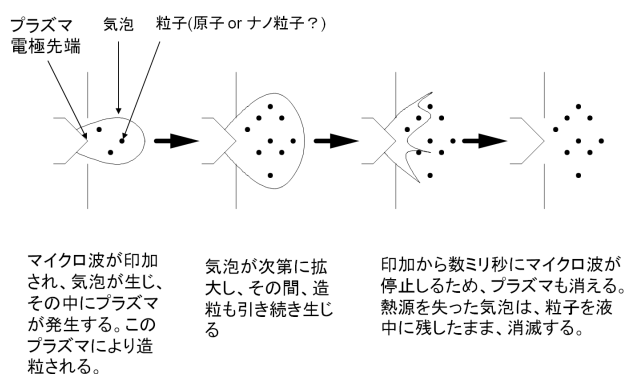


図2 ナノ粒子生成の模式図

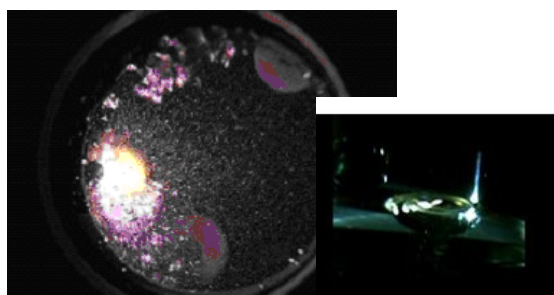


図3 電極部の気泡とプラズマ放電の様子

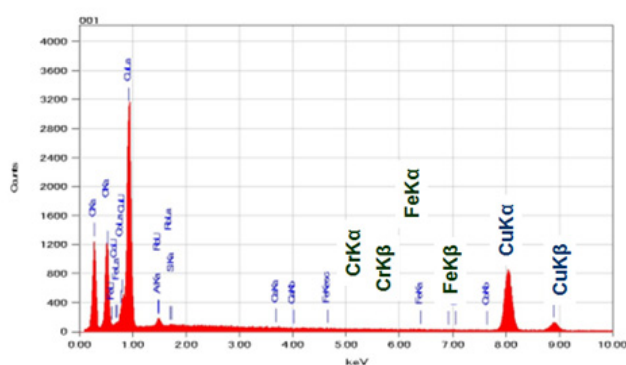


図4 製造したナノ粒子の EDX 分析結果

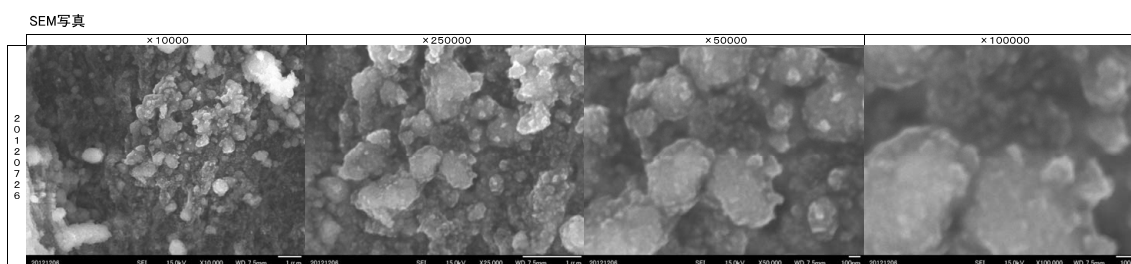


図5 製造したナノ粒子の SEM 写真