



熱プラズマ法による合成した Fe ナノ粒子の粒度分布解析

平山悠介、Park Kwangjae
産業技術総合研究所

キーワード : 熱プラズマ法、Fe ナノ粉末、粒度分布

1. 背景と研究目的

磁性ナノ粉末の一次粒子径を算出することは磁気凝集が起こるために、動的光散乱法では正確に評価できない。本研究では、X線小角散乱法を用いて、熱プラズマ法を用いて作製した磁気凝集が避けられない Fe ナノ粒子の一次粒子径の評価を試みた。

2. 実験内容

熱プラズマプロセスを用いて、投入電力 6 kW、プロセス圧力 100 kPa、プラズマガス 35 L/min. の条件で Fe ナノ粒子合成を行った。得られた Fe 金属ナノ粉末を厚みが 14 μm のカプトンテープで挟み込み、BL8S3 で SAXS 測定を行った。SEM からは平均粒径（直径）が 140nm 程度であったため、カメラ長は 4 m ではなく 6 m とし、測定時間は 30 s とした。McSAS ソフトウェア[1]を用いて 0.022 nm^{-1} から 0.98 nm^{-1} の領域でフィッティングを行った。

3. 結果および考察

得られた SAXS スペクトルにフィッティング曲線を重ねたグラフを図左に示した。非常に良いフィッティングを示し、これを用いて半径に対する個数分布ヒストグラムを作製した（図右）。その結果、平均粒径（直径）は 37 nm と算出された。一方で SEM 画像からは平均粒径は 140 nm と算出されている。この違いは SEM では直径が 20 nm 以下の粒子は非常にカウントしにくい為に小粒径の粒子を数え落としている可能性が考えられる。確かに SEM でよく見ると 20nm 以下の粒子は非常に多く存在するが、画像からの評価では、大きい粒子が目立つために、小さい粒子を十分にカウントできていない可能性は否定できない。従って、SEM では十分に評価できない可能性がある領域のナノ粒子の粒度分布を SAXS を用いることで評価可能であることが分かった。

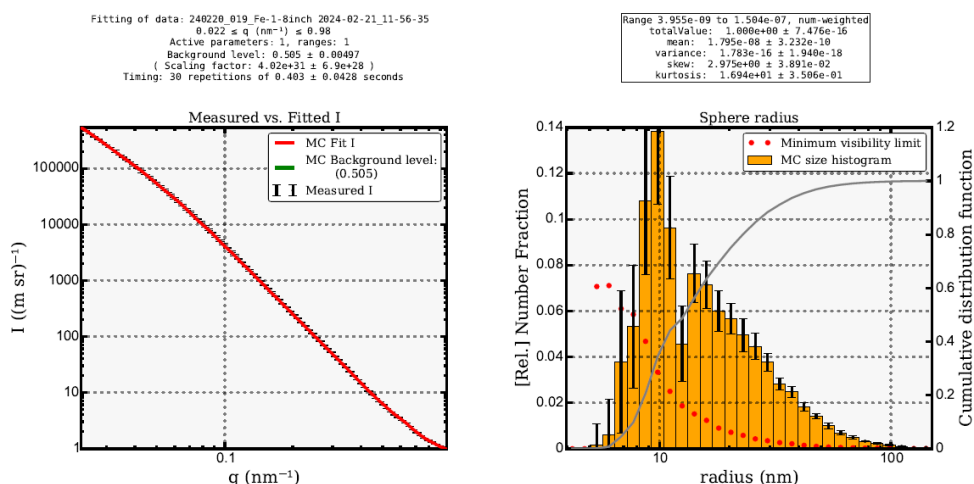


図 McSAS でフィッティングした結果（左）と、フィッティングから得られた粒度分布（右）

4. 参考文献

1. I. Bressler, B. R. Pauw and A. F. Thünemann, J. Appl. Crystallogr. 48 (2015) 962–969.