

# 新型態電漿電弧氣凝合成法製備奈米WO<sub>3</sub>粉末之研究

鄭家偉、蘇程裕；葉俊良

E-mail: 9222203@mail.dyu.edu.tw

## 摘要

本研究嘗試改良製作奈米粉末的製程與設備，以電漿電弧為加熱源，其優點主要是輸出功率大、可針對各種金屬與陶瓷材料進行加熱蒸發、適用於實驗室規模量產。藉由文獻與專利的收集，對其製程加以改良與設計並制定製程參數，並經由收集槽所獲得的粉末，來評估本製程設備的穩定性、粉體產率及其優劣情況。實驗結果顯示，經過高解析穿透式電子顯微鏡的影像分析得到，WO<sub>3</sub>粉體的平均粒徑在不同製程壓力下分別為37torr是5.9nm、75torr是9.6nm、150torr是10.7nm、300torr是12.5nm、400torr是14.4nm。從觀察得知隨著製程壓力的增加其粉體粒徑也會增加，最大、最小粒徑的分佈範圍約為4~55nm；同時從實驗結果也可得知製程壓力對粉體生產率的關係兩者呈近似線性成長。此外，利用X光繞射與X光吸收光譜檢測可以得知低壓37torr與75torr的繞射結果為WO<sub>x</sub>，這是因為在WO<sub>3</sub>粉體的生成過程中已經發生相變化而產生缺陷。而150torr以後的繞射結果顯示壓力提高後結晶性變弱。這表示本實驗設備可以藉由控制製程參數有效達到不同的粉體晶體結構與粒徑，同時粉體生產率也已經達到量化的需求。

關鍵詞：電漿電弧；高解析穿透式電子顯微鏡；X光繞射；X光吸收光譜檢測分析

## 目錄

封面內頁	簽名頁	授權書	iii	中文摘要	v	英文摘要	vi	謝	vii	目錄	viii	圖目錄	xi	表目錄	xiv	第一章 緒論	1	1.1 前言	1.1.1	1.2 研究動機及目的	2	第二章 文獻回顧	3	2.1 奈米材料與特性	3	2.2 奈米結構材料的製程	5	2.2.1 機械合金法	6	2.2.2 濺射法	7	2.2.3 雷射侵蝕法	8	2.2.4 感應接合 (RF) 混合電漿法	11	2.2.5 氣凝合成法	12	2.2.6 沉澱法	13	2.2.7 溶膠凝膠法	14	2.2.8 火花放電法	15	2.3 新型態電漿電弧氣凝合成法	16	2.3.1 發展現況	16	2.3.2 創新的電漿電弧系統	25	2.3.3 電漿電弧原理	26	2.3.4 電漿長度 (plasma arc length) 的影響	27	2.4 電漿電弧加熱過程	28	2.4.1 電漿電弧焰長度 (Arc length) 與溫度分佈	28	2.4.2 靶材加熱的物理意義	30	2.4.2-1 成煙的構造	30	2.4.2-2 成核理論	32	2.4.2-3 成核速度	34	2.4.2-4 成長速度	35	2.4.2-5 粒徑碰撞頻率分析	36	2.4.2-6 環境壓力對成核的影響	36	2.4.2-7 加熱源與粉體收集系統的距離	37	2.5 WO <sub>3</sub> 奈米粒子的特性	37	2.6 奈米材料之檢測分析技術	38	2.3.1 穿透式電子顯微鏡分析 (TEM)	38	2.3.2 場發射掃描式電子顯微鏡分析 (FESEM)	39	2.3.3 X-Ray 粉末繞射分析	40	2.3.4 X光吸收光譜檢測分析	41	第三章 實驗方法與步驟	41	3.1 實驗流程	41	3.2 設備結構	42	3.3 實驗參數設計	48	3.4 材料選用及前處理	49	3.5 奈米粉末收集及保存	49	3.6 粉末微結構分析	50	第四章 結果與討論	51	4.1 粉體粒子粒徑分析	51	4.2 奈米WO <sub>3</sub> 粒子微結構分析	54	4.3 生產率與生成壓力及粒徑的關係	61	4.4 X-ray粉末繞射分析	64	4.5 X光吸收光譜檢測分析	68	第五章 結論	71	參考文獻	73
------	-----	-----	-----	------	---	------	----	---	-----	----	------	-----	----	-----	-----	--------	---	--------	-------	-------------	---	----------	---	-------------	---	---------------	---	-------------	---	-----------	---	-------------	---	-----------------------	----	-------------	----	-----------	----	-------------	----	-------------	----	------------------	----	------------	----	-----------------	----	--------------	----	------------------------------------	----	--------------	----	----------------------------------	----	-----------------	----	---------------	----	--------------	----	--------------	----	--------------	----	------------------	----	--------------------	----	-----------------------	----	-----------------------------	----	-----------------	----	------------------------	----	-----------------------------	----	--------------------	----	------------------	----	-------------	----	----------	----	----------	----	------------	----	--------------	----	---------------	----	-------------	----	-----------	----	--------------	----	-------------------------------	----	--------------------	----	-----------------	----	----------------	----	--------	----	------	----

## 參考文獻

1. 蘇品書, 超微粒子材料技術, 復漢出版社, 1989年2月。
2. 曹茂盛, 超微顆粒製備科學與技術, 哈爾濱工業大學出版社, 1995年12月。
3. 周長彬, 蔡丕椿, 郭央甚, 鐸接學, 全華科技, 民國88年11月。
4. M. H. Teng, J. J. Host, J. H. Hwang, B. R. Elliott, J. R. Weertman, T.O. Mason, V. P. Dravid, and D. L. Johnson, Nanophase Ni particles produced by a blown arc method, J. Mater. Res., Vol.10, NO.2, Feb 1995.
5. 黃德歡, 改變世界的奈米技術, 台北瀛洲出版社, 2002年2月。
6. 賴宏仁, 林景正, 「奈米材料與技術專題」, 工業材料153期, 民國88年9月, pp.94-101。
7. K., D., Production and characterization of dry lubricant coating for tools on the base of carbon. I. J. R. Met. & H. Mate. 20 (2002) 121-127.
8. X.C. Yang, W. Riehemann, M. Dubiel, H. Hofmeister, Nanoscaled ceramic powders produced by laser ablation, Mater. Sci. and Eng. B95 (2002) 299-307.
9. J. Luo, R. Stevens, J. Am. Ceram. Soc. 82 (1999) 1922.
10. R. C. Garvie, R.H.J. Hannik, R.T. Pascoe, Nature 258 (1975) 703.
11. G., J. L., S.N., E., Si-C-N nanometric powder produced in square-wave modulated RF glow discharges, D. R. Mater. 7 (1998) 407-411.
12. G. H, Progress in Mater. Sci., 33, 223 (1989) .
13. L. X, F. Lian, J. Yang, J. M. F. Ferreira, A novel wet-chemical process to synthesise Ba(Mg<sub>1/3</sub>Ta<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub> nanopowders, Ceramics International 28 (2002) 549-552.
14. Lackey W J. Nucl. Tech., 49, 321 (1980) .
15. T. Araya, Y. Endo, S. Hioki, M. Kanamaru, ARC APPARATUS FOR PRODUCING ULTRAFINE PARTICLES, U. S. Patent, NO.4732369, Mar.22, 1988.
16. John S., Jonathan L, METHOD AND APPARATUS FOR MANUFACTURING ULTRAFINE PARTICLES, U. S. Patent, NO.5062936, Nov.5, 1991.
17. Zbigniew Z., Kerry B. Berger, Robert B. Swan, METHOD FOR MAKING METAL POWDERS, U. S. Patent, NO.5294242, Mar.15, 1994.
18. John C., Mohammed N. Ali, Byron B. Lympny, NANOCRYST- ALLINE MATERIALS, U. S. Patent, NO.5874684, Feb.23, 1999.
19. 賴耿陽, 電漿工學的基礎, 復文書局, 民國79年2月。
20. 高正雄, 電漿化學, 復漢出版社, 民國73年8月。
21. 趙亞宇, 電漿鐳槍熱傳分析與設計改進, 民國89年7月, 大葉大學機械工程研究所碩士論文。
22. Iwao T., Inaba T. Plasma

length on characteristics of DC argon plasma torch arc. Vacuum 65 ( 2002 ) 299-304. 23. S.Yatsuya, S. Kasukabe, and R. Uyeda, Jpn. J. Appl. Phys, 12, ( 1973 ) 1675. 24. 莊萬發, 超微粒子理論應用, 復漢出版社, 民國88年6月。 25. 超微粒子-科學應用, 日本化學會, 化學總說NO.48, 23, 1985。 26. 顏志坤, 新型態電漿電弧氣凝系統製作奈米粉末之研究, 交通大學機械工程研究所碩士論文, 民國91年。 27. Ch.J.Raub, A.R.Sweedler, M.A.Jensen, S. Broadston, and B. T. Matthias, Phys. Rev. Lett. Vol.13 P.746 ( 1964 ) . 28. A.HOEL,L.B.KISH,R.VAJTAI,G.A.NIKLASSON,C.G.GRANQVIST,E.OLSSON,Electrical properties of nanocrystalline tungsten, Mat.Res.Soc.Symp.Proc.Vol.581 ( 2000 ) . 29. 汪建民, 材料分析, 分析式電子顯微鏡分析 ( 1998 ) pp175~211。 30. 汪建民, 材料分析, 掃描式電子顯微鏡分析 ( 1998 ) pp121~146。 31. 汪建民, 材料分析, X光粉末繞射分析 ( 1998 ) pp47~64。 32. D. C. Koningsberger, R. Prins, X-Ray Absorption:Principles, Application, Techniques of EXAFS, SEXAFS, SEXAFS and XANES, Chem. Analysis Vol.92 ( Wiley 1988 ) . 33. H. C. Chu and C. H. Chen, IEEE trans. on Electromagnetic Compatibility, Vol. EMC-38, No. 1, pp. 1-6, February 1996.