

# 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

## ABSTRACT

A laboratory-made equipment and manufactory was to improve in this study to produce nanopowder. This equipment uses plasma arc as a heating source. In this heating source, all of the metal and ceramics materials can be vaporized. According to the published papers and patents a new equipment is designed, test and set up manufactory parameter. The collected powders from collected vessel were analyzed using SEM, HRTEM, XRD and XAS. The characteristic, stability and production of this equipment was also evaluated. The experiment result shows that the image is analyzed by high resolution through electron microscope. The average particle diameter of WO<sub>3</sub> powder is 5.9nm, 9.6nm, 10.7nm, 12.5nm, and 14.4nm, corresponding to different pressure: 37torr, 75torr, 150torr, 300torr, and 400torr. The particle size will increase with the manufactory pressure increase. The maximum particle size is 55nm, and minimum particle size is 4nm. The experiment result shows that both pressure and powder production was increased linearly. In addition, it can show the different pressure which 37torr and 75torr can get the same result of WO<sub>2.92</sub> by XRD and XAS. Because of the WO<sub>3</sub> powder was changed to WO<sub>2.92</sub>. When the pressure higher than 150torr the crystal properties became weak. We can get the varied crystal structures and particle size through controlling parameter, and this method can be application to production.

Keywords : Plasma arc ; High-resolution through element measurement ; X-ray diffraction ; X-ray absorption Spectroscopy

## Table of Contents

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	1.2 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
------	-----	-----	-----	------	---	------	----	---	-----	----	------	-----	----	-----	-----	--------	---	--------	---	-------------	---	----------	---	-------------	---	---------------	---	-------------	---	-----------	---	-------------	---	-----------------------	----	-------------	----	-----------	----	-------------	----	-------------	----	------------------	----	------------	----	-----------------	----	--------------	----	------------------------------------	----	--------------	----	----------------------------------	----	-----------------	----	---------------	----	--------------	----	--------------	----	--------------	----	------------------	----	--------------------	----	-----------------------	----	-----------------------------	----	-----------------	----	------------------------	----	-----------------------------	----	--------------------	----	------------------	----	-------------	----	----------	----	----------	----	------------	----	--------------	----	---------------	----	-------------	----	-----------	----	--------------	----	-------------------------------	----	--------------------	----	-----------------	----	----------------	----	--------	----	------	----

## REFERENCES

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, 鐳接學, 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</sub>/3Ta<sub>2</sub>/3)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. Lympany, 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, 電漿鐳槍頭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.