

パルス変調型誘導熱プラズマを用いた Si ナノ粒子の大量生成時における原料供給タイミングの光学的検討

Optical study on feedstock feeding timing during high-rate production of Si nanopowder using pulse-modulated thermal plasmas

○石坂洋輔¹, 清水光太郎¹, 見玉直人¹, 田中康規¹, 上杉喜彦¹, 石島達夫¹,
末安志織², 渡邊周², 中村圭太郎² (金沢大学¹, 日清製粉グループ本社²)

○Y. Ishisaka¹, K. Shimizu¹, N. Kodama¹, Y. Tanaka¹, Y. Uesugi¹, T. Ishijima¹,

S. Sueyasu², S. Watanabe², K. Nakamura² (Kanazawa Univ.¹, Nisshin Seifun Group Inc.²)

E-mail: sakaishi@stu.kanazawa-u.ac.jp, tanaka@ec.t.kanazawa-u.ac.jp

Si ナノ粒子は、リチウムイオン電池の次世代負極材料などへの応用が期待されている。筆者らはこれまでに、パルス変調型誘導熱プラズマ (PMITP) に同期して原料粉体を間歇的に供給することで、Si ナノ粒子を入力 20 kW で 120 g/h という高生成レートで生成可能である事を見出している[1]。PMITP を用いて、Si ナノ粒子を更に高い生成レートで生成するためには、高温時の変調熱プラズマに大量の原料粉体を同期供給し、効率的に蒸発させることが重要である。本報告では、トーチ内における投入原料および蒸発原料の時空間的な分布を二次元分光観測(2D-OES)により検討した。

Ar+H₂ PMITP の生成条件は文献[1]と同じにした。ただし、クエンチングガスは無供給とし、基礎的な条件とした。原料粉体については、電磁バルブを用いて間歇的に供給した。電磁バルブの応答時間を考慮し、コイル電流の変調信号に対して遅延時間 $t_d = 9$ ms を電磁バルブの開閉信号を与え、原料がコイル電流高値に同期して供給開始するようにした。電磁バルブの開信号時間を 8 ms とし、コイル電流が高値をとる時間 On-time = 12 ms よりも短く設定した。2D-OES の観測領域をコイル終端下 59×55 mm² の領域とした。観測波長を H_α線の 656.28 nm および Si の 390.55 nm とした。高速度ビデオカメラの撮影速度を 1000 fps とした。別途、Si 原料の供給タイミングを観測するために、プラズマ無点弧時のトーチ内に原料粉体を間歇供給したときの様相を高速度ビデオカメラにより撮影した。このとき、コイル位置をトーチ上部にずらすことで、原料供給用プローブの先端から原料が供給される様相を撮影した。このときの撮影領域は 47×63 mm² の領域とした。

Fig.1 (a)に、コイル電流の変調信号に対する Si 原料粉体の供給タイミングを検討するため、プラズマ無点火時における原料の間歇供給様相を高速度ビデオカメラで観測した画像を示す。同図から、On-time 中の $t = 3-11$ ms 間のみ、比較的多くの原料が供給されている様子を確認できる。さらに、Off-time である $t = 13-15$ ms 間では、トーチ内に供給される原料を非常に少なくできている。Fig.1 (b),(c)に H_αおよび Si I の 2D-OES 結果を示す。同図(b)において、H_αの放射強度がコイル電流の変調に同期して増減している。このことから、On-time 時には高温場がトーチ内に生成され、コイル電流が低値をとる Off-time 時には比較的低い温度場が周期的に生成されていると考えられる。以上から、高温場が生成される On-time 時にも大量の原料を供給できていることが確認できる。また、Fig.1(c)に示すように、Off-time 間においても Si I 放射強度は観測された。これは、Off-time 間においても微量の Si 原料がトーチ内に導入され、十分に蒸発したことを示唆している。

参考文献

[1] Y. Ishisaka, K. Kita, N. Kodama, Y. Tanaka, et. al., ISPlasma2016/IC-PLANTS2016, 10P23 (2016)

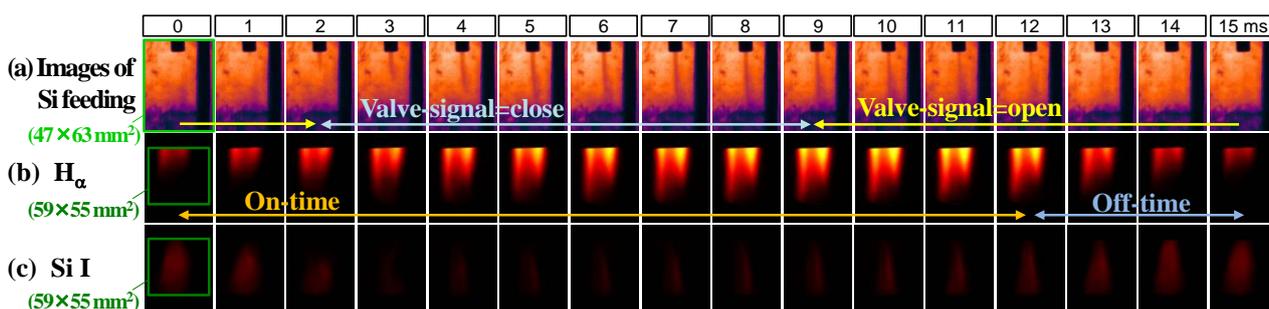


Fig.1 (a) プラズマ無点弧時におけるプラズマトーチ内部への Si 原料粉体の間歇供給様相および PMITP 内に Si 原料を間歇供給したときの (b) H_α および (c) Si I の二次元放射強度分布。