

下段コイル電流を大きく変調した タンデム型誘導熱プラズマによる Si ナノ粒子の大量生成試験

Synthesis Test with Large Modulation of Lower-Coil Current using Tandem Type of Induction Thermal Plasmas

金沢大自然¹, 日清製粉グループ本社² ◯隠田 一輝¹, 清水 光太郎¹, 兒玉 直人¹, 石坂 洋輔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

Kanazawa Univ.¹, Nisshin Seifun Group Inc.², ◯Kazuki Onda¹, Kotaro Shimizu¹, Naoto Kodama¹,
Yosuke Ishisaka¹, Yasunori Tanaka¹, Yoshihiko Uesugi¹, Tatsuo Ishijima¹,
Shiori Sueyasu², Shu Watanabe², Keitaro Nakamura²

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

Si ナノ粒子(Si NPs)は, リチウムイオン電池用の大容量負極材などに期待されている. 筆者らは, これまでにパルス変調誘導熱プラズマ(PMITP)を用いた機能性ナノ粒子の大量生成法を開発している[1]. しかし PMITP は外部からの大きな擾乱に弱い場合があり, より大量の Si 原料を投入すると, 熱プラズマが消滅してしまう問題がある. この弱点への対策として, 筆者らはタンデム型変調誘導熱プラズマ(Tandem-MITP)を新しく開発した[2]. Tandem-MITP は, 2つの独立した電源と2つのコイルにより熱プラズマを維持するものである. これにより, PMITP をより安定に維持でき, かつ効率的な NP 生成プロセスが期待できる. 本報では, Tandem-MITP の下段コイル電流振幅を矩形波変調した場合において Si NPs の生成を試みた.

実験装置の概略図を Fig. 1 に示す. 実験条件を以下のように設定した. 上段コイルおよび下段コイルへの入力電力をそれぞれ 10 kW とした. 上段および下段コイル電流の周波数は, それぞれ 450 kHz および 320 kHz である. 上段コイル電流は無変調とし, 下段コイル電流は矩形波振幅変調とした. 変調周期は 15 ms とし On-time を 10 ms, Off-time を 5 ms とした. 変調度合いを示す SCL[1] は 50%, 0% の 2 通りに設定した. チャンバ内圧力は 300 torr とした. シースガスとして, Ar を 90 slpm 導入した. Si 原料粉体を Ar キャリアガス 4 slpm とともに熱プラズマに供給した. Si 原料粉体として, 体積平均粒径 28 μm の Si 粉体を用いた. この原料を PMITP に同期するように間歇投入した. 原料の供給レートを 3.5 g/min および 5.7 g/min とした.

Fig. 2 に, 上流チャンバ部で回収した, 50%SCL および 0%SCL の条件における生成粒子の SEM 画像を示す. 同図から, いずれの二条件においても NPs を生成できていることがわかる. この SEM 画像から約 300 個の粒子径を測長し, 粒径度数分布を求めた. これらの粒径度数分布から, 得られ

たナノ粒子の割合を求め, 50%SCL では 88.0%, 0%SCL では 94.1%という高い割合が得られた. これは, Tandem-MITP の下段コイル電流をこれまでの単一コイル型 PMITP よりも, 大きな変調度合いで矩形波変調でき, 熱プラズマ温度場をより大きく変動できたためであると考えられる. 特に, 下段コイル電流の変調度合いを 0%SCL すなわち Off-time において 0 A とすることで, より高い冷却が得られ, 高い NPs 生成効率を実現できたと推察している.

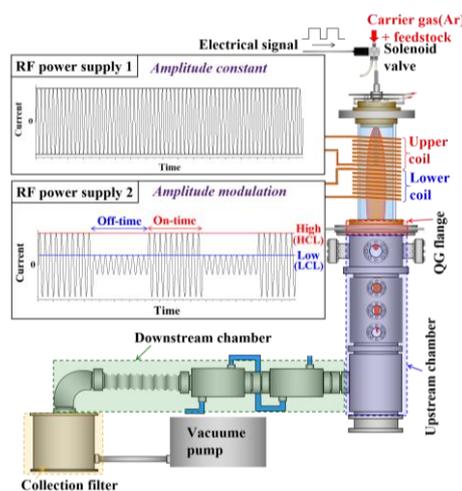


Fig. 1: Tandem-MITP system for NPs synthesis.

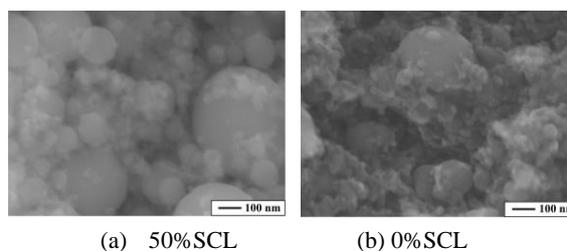


Fig. 2: SEM images of synthesized particles.

参考文献

- [1] N. Kodama, et al. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **47**,195304(2014)
[2] K. Kuraishi, et al. *J. Phys. Conf. Ser.*, **441**, 012016(2013)