

タンデム型 Ar/O₂ 変調熱プラズマによる Fe³⁺-TiO₂ ナノ粒子大量生成時における 下段コイル電流変調効果 ～シングル型変調熱プラズマとの比較～

Lower coil current modulation effect in tandem-type Ar/O₂ modulated thermal plasma
for high-rate synthesis of Fe³⁺-doped TiO₂ nanoparticles

～Comparison with single-type modulated thermal plasma～

金沢大自然¹, 日清製粉グループ本社², °古川 颯大¹, 明石 恵太¹, 長瀬 有理奈¹,
田中 康規¹, 中野 裕介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, °Ryudai Furukawa¹, Keita Akashi¹, Yurina Nagase¹,
Yasunori Tanaka¹, Yusuke Nakano¹, Tatsuo Ishijima¹, Shiori Sueyasu², Shu Watanabe², Keitaro Nakamura²

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

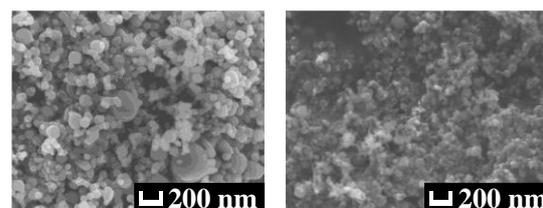
変調誘導熱プラズマ(M-ITP)は、高いガス温度、高い化学反応性を時空間に制御できるという特徴を有し、さらに無電極放電のため汚染物質混入が非常に少ないという特徴を持つ。このことから、筆者らは MITP を用いたナノ粒子 (NP) 大量生成法の開発を行っている。しかし、M-ITP は外部からの擾乱に対し比較的容易に不安定となり、ナノ粒子生成プロセス時にトーチ内に大量の原料を投入すると、熱プラズマが消滅する場合がある。そのため、材料の大量処理化が課題として挙げられる。このような課題に対し、筆者らはタンデム型 M-ITP 装置を開発した[1]。タンデム型 M-ITP では、設置された2つのコイルに流す高周波電流を独立に変調制御することで、安定的かつ効率的なプロセスが可能となる。本報では、シングル型 M-ITP およびタンデム型 M-ITP を用い、Fe³⁺doped TiO₂ ナノ粒子を生成し、生成粒子の粒径および特性の評価を行った。

実験条件を以下のように設定した。シングル型では、コイルへの平均投入電力を 25 kW とし電流の周波数を 450 kHz とした。変調周期は 15 ms とし、On-time を 12 ms、Off-time を 3 ms の矩形波変調した。変調割合を示す SCL [2]は 80%に設定した。タンデム型の条件は、上段コイルおよび下段コイルへの入力電力をそれぞれ 15 kW および 8 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 475 kHz および 305 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 On/off-time を 10 ms/ 5 ms、SCL は 10%と非常に低く設定した。この条件により下段コイル電流は大きく変調される。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、O₂ を 10 slpm 導入した。原料は、平均粒径 27 μm (最大 45 μm) の Ti と Fe 混合粉体 (5wt% Fe-95wt% Ti) とし、Ar キャリアガス 4 slpm とともにコイル電流変調と同期して間歇投入した。

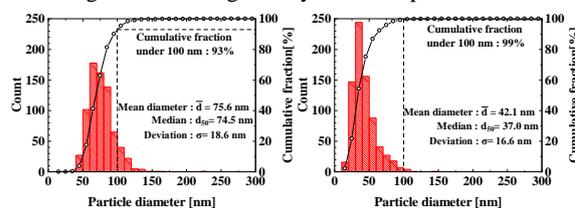
Fig. 1 に、フィルタで回収した生成粒子の SEM 画像を示す。いずれの条件においても NP を大量

生成できた。シングル型 M-ITP で生成された粒子は 100 nm を超えるものが見られるが、タンデム型 M-ITP ではほとんど見られなかった。

次にこの SEM 画像から約 500 個の粒子径を測定し、粒径度数分布を求めた。その結果を Fig.2 に示す。これらの粒径度数分布から、粒径 100 nm 以下のナノ粒子の割合を求めると、シングル型 M-ITP では 93%、タンデム型 M-ITP では 99%であった。タンデム型 M-ITP では、従来のシングル型 M-ITP より、下段コイル電流を大きく矩形波変調できるため、熱プラズマ温度がより大きく上下したためと考えられる。下段コイル電流の変調割合を 10% SCL すなわち Off-time においてコイル電流を低く保つことで、より高い冷却効果が得られ、粒子成長を抑制でき、高い NPs 生成効率を実現できたと考えられる。



(a) Single M-ITP (b) Tandem M-ITP
Fig. 1: SEM images of synthesized particles.



(a) Single M-ITP (b) Tandem M-ITP
Fig. 2: Particle size distribution for each condition.

参考文献

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