

— Instrument Performance test —

不活性ガスによるSMPSの粒径分布評価試験



東京ダイレック株式会社  
〒160-0014 東京都新宿区内藤町1内藤町ビルディング  
TEL 03(3355)3632 (代)  
FAX 03(3353)6895  
研究開発部 船戸 浩二、岩佐 高宏、藤井 俊樹  
技術本部 藤野 聡  
営業第1部 石井 渉  
E-mail info@tokyo-dylec.co.jp  
URL <https://www.t-dylec.net/>

概要: TSI社製のSMPSはエアロゾル分野において古くから用いられている計測技術で、高度な分級性能を有するDMAと微小ナノ粒子に対して高い検出効率を持つCPCで構成されており、気相中の粒径分布を計測する装置のリファレンスとして長年使われている。また目的や仕様に応じてDMAやCPCのモデル選択が可能であることから幅広い分野での測定が可能である。

SMPSで測定可能なサンプルガスは一般的に常温・常圧で、高温・高圧のサンプルガスを測定する場合には前段に希釈器やサンプルコンディショナー等の前処理装置が必要となる。また測定対象のガスは空気、通常の空気は主に窒素と酸素で構成される。

昨今ではナノテクノロジーの進歩によりナノサイズの粒子が多く目的で製造されている。同じ材料でも大きさがナノサイズになることで機能が飛躍的に向上するものがあり、金属ナノ粒子もそのうちのひとつである。金属ナノ粒子を製造する方法は幾つかあるが、乾燥法で不活性ガスを用いることがあり、途中で酸素と結合すると生成時の高機能を維持することが難しい場合がある。また、アルゴン雰囲気下で生成したナノ粒子をプラズマプロセスへ導入する場合、ナノ粒子のキャリアガスとして空気を使用することは望ましくない。例えば、vsParticle社製G1型ナノ粒子ジェネレーターを用いて生成した金属ナノ粒子を別のプラズマプロセスに導入する際、キャリアガスは一貫してアルゴンガスであることが望ましく、金属ナノ粒子の粒径分布評価時も同様である。

こうした背景から、不活性ガスであるアルゴン環境下においてSMPSが正常に粒径分布計測を計測出来ることを確認するためPSL標準粒子を用いて計測評価を行った。

試験日時: 2019年11月

試験方法: 計測装置はSMPS(モデル3938L50)を使用した。試験フローを図1に示す。SMPSを構成するDMA制御プラットフォーム(モデル3082)は通常内部のプロアーを用いてシースイエアー流量をコントロールしているが、今回は対象ガスがアルゴンであるためMFC(Mass Flow Controller)及び吸引ポンプの組合せでシースイエアー流量を10 L/minになるようにコントロールした。また、CPCの吸引流量も同様の組合せで1 L/minとなるようにコントロールした。エアロゾルアトマイザーのキャリアガスもアルゴンを用いており、PSL標準粒子を発生後にディフュージョンドライヤーで乾燥させ、更にダイリュションブリッジで濃度調整をした。SMPSの専用ソフトウェア上でガスのプロパティを設定することができるので、今回は20℃、101.3 kPaにおけるアルゴンガスの設定に変更した。

試験フロー図:

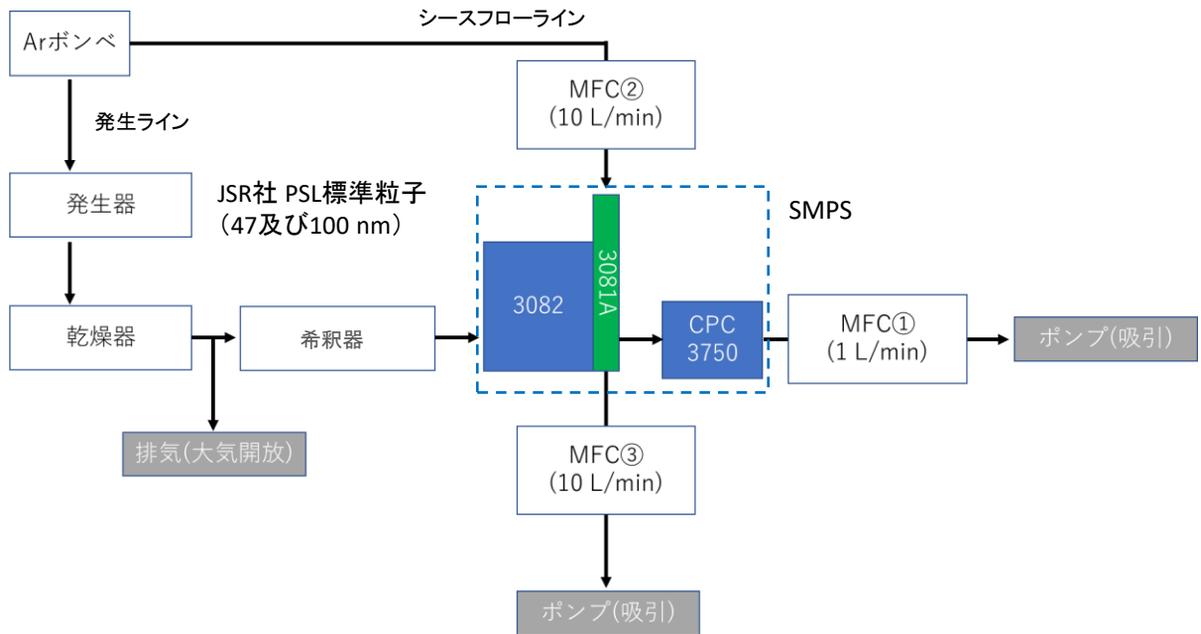


図1. 試験フロー

試験機器:

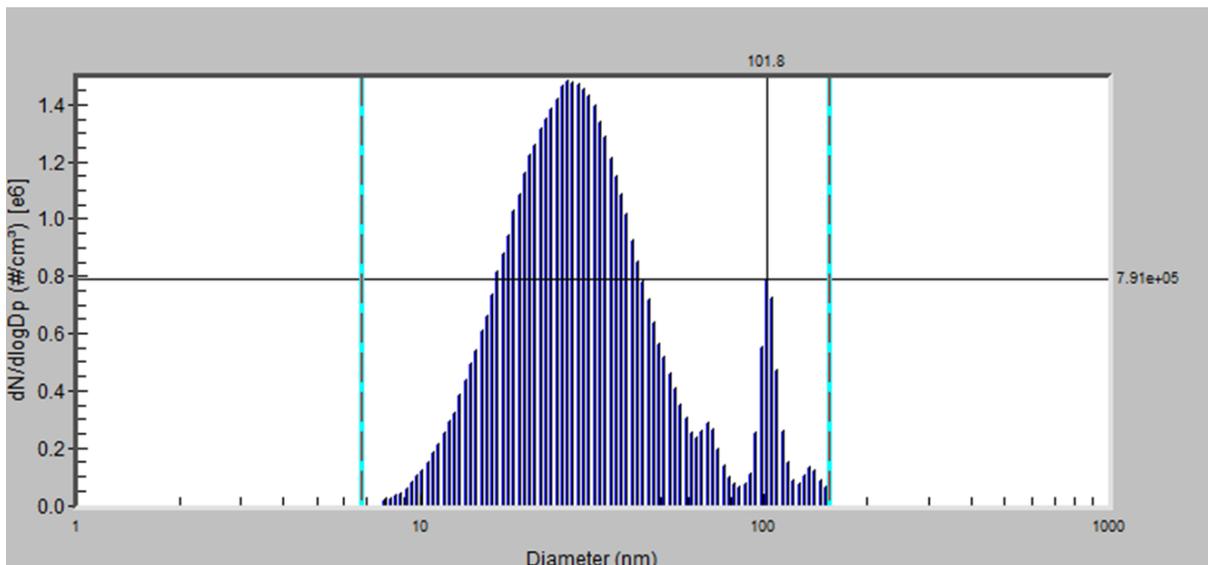
- 発生器: TSI社 エアロゾルアトマイザー (モデル3079A)  
 ・試験粒子 : JSR社 PSL標準粒子 (47及び100 nm)  
 ・溶液濃度 : PSL 各3滴/ 蒸留水 20 ml  
 ・発生流量 : 3 L/min
- 乾燥器: TSI社 ディフュージョンドライヤー (モデル3062)
- 希釈器: TSI社 ダイリュージョンブリッジ  
 サンプルラインとフィルターラインを各バルブで調整することで簡易的に濃度を調整
- 計測器: TSI社 SMPS (モデル3938L50)  
 ・シース流量 : 10 L/min (MFC②+③ (Ar設定))  
 ・サンプル流量 : 1 L/min (MFC① (Ar設定))

上記の図1に従って装置を組み立てた。SMPSのガス設定は以下の値を入力した。設定はMFCの校正条件の20 °C、101.3 kPaの設定とした。

温度	20 °C (293.15 K)
気圧	101.3 kPa
平均自由行程	$6.85 \times 10^{-8}$ m
気体粘度	$2.23 \times 10^{-5}$ Pa · s
サザランド定数	142 K

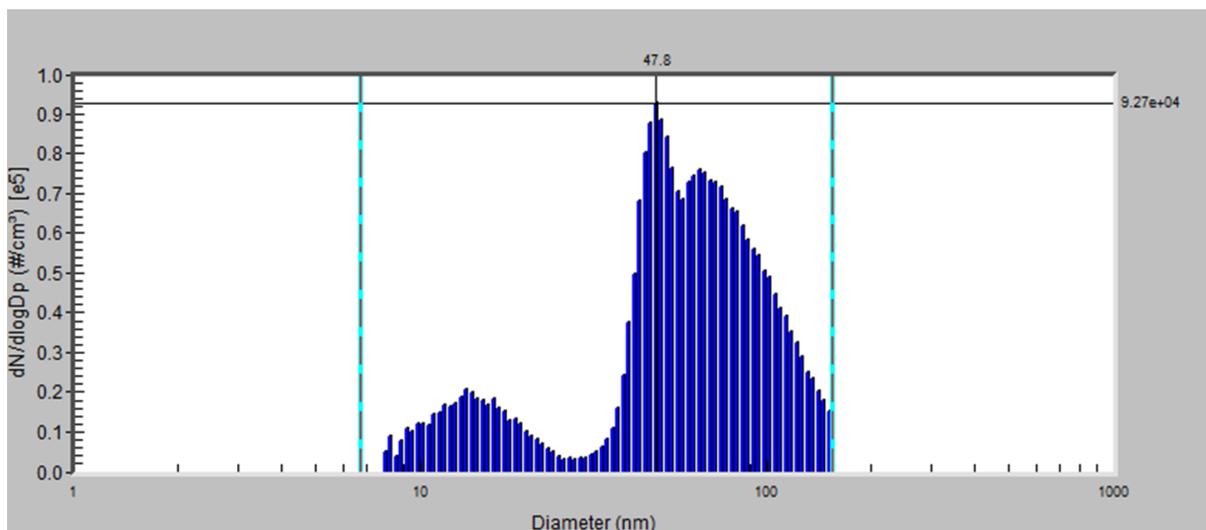
試験結果:

①PSL標準粒子(100 nm)の測定結果



SMPSで粒径分布を測定した結果101.8 nmに大きなピークを確認することができた。また100 nm粒子の2価帯電に相当する2価粒径付近(66 nm付近)に小さいピークが見られた。これらの理由から101.8 nmに見られる大きなピークはエアロゾルアトマイザーで発生した100 nmのPSL標準粒子と推測される。

②PSL標準粒子(47 nm)の測定結果



SMPSで粒径分布を測定した結果47.8 nmに大きなピークを確認することができた。2価帯電に相当する粒子は確認していないが、大きなピークはエアロゾルアトマイザーで発生した47 nmのPSL標準粒子と推測される。

結論:

今回の測定結果より測定対象のキャリアガスがアルゴンの場合でも、シース及びサンプルの流量をMFC及び吸引ポンプでコントロールし、専用ソフトウェアでガスプロパティを反映させることで正確に粒径分布を計測できると考えられる。しかし、アルゴンガスで測定する時にDMAの印加電圧が4000 V以上となるとDMA内部でアーク放電が起こることが分かった。アーク放電が起こると多量のノイズが発生するため正確な粒径分布の測定が困難となる。以上の事から測定対象ガスを変更して粒径分布を測定することは可能であるが、DMAに印加できる最大電圧はガスの特性に依存するため事前にガスの特性を調べる必要がある。

以上