

5.8GHz 帯同軸線路型反応チャンバーの試作

Trial fabrication of 5.8GHz band coaxial line type reaction chamber

○漆原 弘之^a, 岸原 充佳^a, 大久保 賢祐^a, 山下 和則^b, 松村 竹子^b, 岸 宗孝^c

H. Urushihara^a, M. Kishihara^a, K. Okubo^a, K. Yamashita^b, T. Matsumura^b, M. Kishi^c

^a岡山県立大学,^b有限会社ミネラルイトラボ ^cケイネックス株式会社

1 序論

近年、マイクロ波自身が有用なエネルギー源として捉えられている。マイクロ波無線電力伝送のみならず、急速加熱、均一加熱などを実現できることから材料合成や化学反応などへ積極的に応用されている¹⁾。以前に、マイクロ波反応システムの一つとして、2.45 GHz 帯での同軸線路型反応チャンバーが提案されている²⁾。この構造は、マイクロ波を伝送する系内がチャンバーとなっているため、フロー化学反応に応用できることが示されている。この構造を用いれば、従来の方法でおおよそ 20 時間程度精製に時間のかかっていた錯体の合成が、おおよそ 1 時間程度でより純度の高い合成を行うことができると報告されている²⁾。

本論文では、同様の同軸線路型の反応チャンバーを 5.8 GHz で設計及び試作を行い、溶媒の昇温特性を調査している。溶媒には水、エタノール、エチレングリコールを用いて、5.8GHz, 5W のマイクロ波を照射して昇温実験を行っている。マイクロ波を照射して約 1 分間は各溶媒の温度が急速に上昇し、特にエタノールにおいては沸点を越えて昇温することを確認できたことから、本構造でのマイクロ波化学反応への応用の可能性を示している。

2 同軸線路型反応チャンバーの構造

同軸線路型反応チャンバーの構造を図1に示す。金属で作られた直径 m_d 、高さ m_h の円筒形の容器内に、直径 c_d 、高さ m_h の金属棒が中心導体として設置されている。中心導体の先端からの長さ c_l の部分は上底の直径 u_{d1} 、下底の直径 c_d の円錐台形である。円筒容器上部には厚さ l_h の蓋が取り付けられている。このとき、円筒形容器の直径よりも大きな金属板を使用し、中心に上底の直径 u_{d2} 、下底の直径 b_{d2} の円錐台形の穴をあけている。これが同軸マイクロ波入力ポートとなる。容器の寸法を適切に選択することで、入力ポートから容器内へ照射されたマイクロ波の電界が強め合う場所、すなわち定在波分布が発生する。中心導体から距離 r の場所かららせん状に外径 o_d 、内径 i_d の流路(テフロン)を間隔 p_i で取り付けることで、チャンバー内流路の溶媒の温度上昇を可能とする構造である。

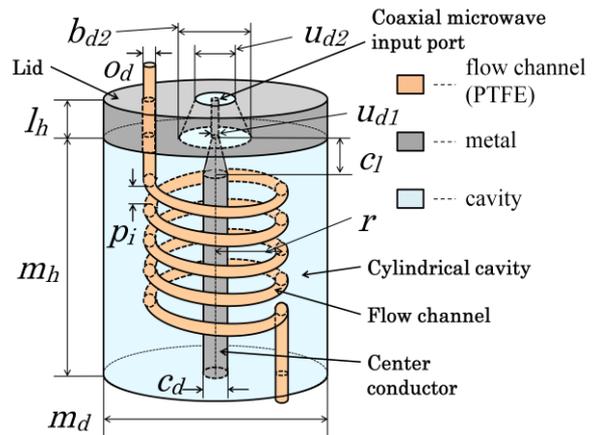


図1 反応チャンバーの構造

3 設計概要

5.8 GHz 帯 ISM バンドを動作帯域として反応チャンバーの設計を行った³⁾。直径 $m_d = 51$ mm、高さ $m_h = 50$ mm の市販の円筒形容器を用意し、汎用物理シミュレータ COMSOL を用いてシミュレーションを行い、容器内での流路位置に対して電界分布がなるべく均等になる寸法を模索した。マイクロ波の入力ポートには N 型同軸コネクタを想定し蓋の円錐台形の上底 $u_{d2} = 10$ mm と円錐台形部の上底の直径 $u_{d1} = 3.1$ mm を決定した。これを基に、低反射特性が得られる寸法として、蓋の円錐台形の下底 $b_{d2} = 16$ mm、厚さ $l_h = 5$ mm、中心軸の直径 $c_d = 5$ mm、先端からの長さ $c_l = 8$ mm と決定した。

4 昇温シミュレーション

COMSOL を用いて、5.8 GHz のマイクロ波 5 W を 300 秒間同軸ポートから入力した場合の水の昇温シミュレーションを行った。容器内に設置する流路はテフロンで製作することを想定するが、本シミュレーションでは厚さを無視、すなわち、水が中心導体からの距離 $r = 12$ mm、間隔 $p_i = 2$ mm、外径 $o_d = 5$ mm に設置されているものとした。このときの 300 秒後の温度分布を図2に示す。シミュレーションでは、水の複素比誘電率 $72-j20$ 、熱伝導率 0.615 W/(mK)、比熱容量 4.2 kJ/(kgK)、初期温度 20 °C を仮定した⁴⁾。図2、より、容器の中央付近で最も温度上昇が大きく、おおよそ 95 °C 程度まで上昇するようが見られる。

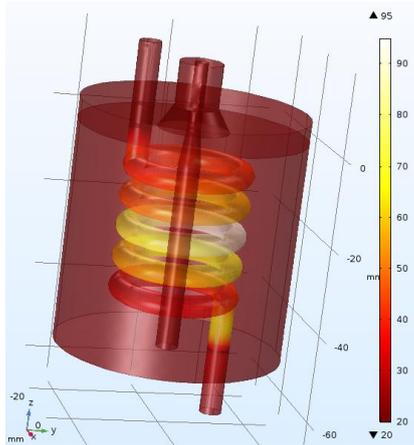


図2 温度分布のシミュレーション結果

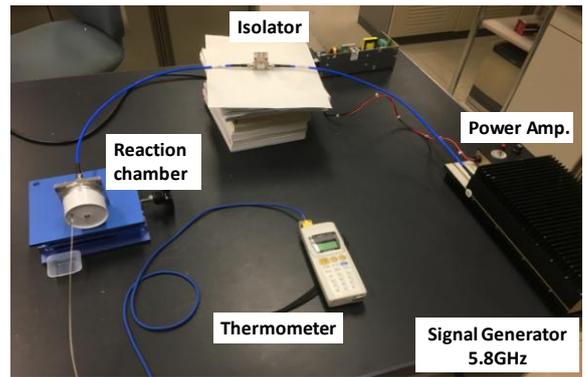


図4 実験風景

5 溶媒の昇温実験

5.8GHz 帯同軸線路型反応チャンバーを決定した寸法で試作し、水、エタノール、エチレングリコールをそれぞれ溶媒とした場合の昇温実験を行った。図3に試作した反応チャンバーの写真を示す。溶媒はシリンジを使用して流路全体を満たす(0.5mL)ように注入している。図4には実験中の写真を示す。信号源から発生させた周波数 5.8GHz のマイクロ波をパワーアンプに入力することで増幅させ、反応チャンバー内に 5W のマイクロ波が照射されるような構造となっている。本実験ではポート側から離れた流路出口付近に設置した溶媒に温度計を当てて測定している。マイクロ波を照射したときの照射時間に対する各溶媒の温度変化を図5に示す。どの溶媒も照射し始めてから 60 秒程度で定常温度に達し、特にエタノールに関しては沸点(78°C)を越えた後も温度上昇が続いている。これは液相で沸点以上の加熱が行われるスーパーヒーティング現象が生じていると考えられる。以上の結果から本構造が有効に機能していると確認できた。

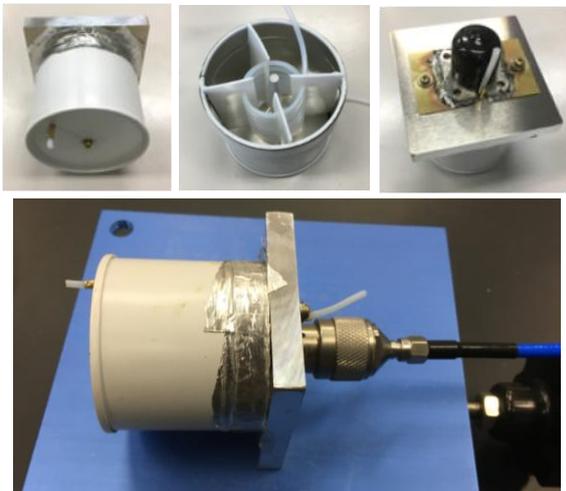


図3 試作した 5.8GHz 帯反応チャンバー

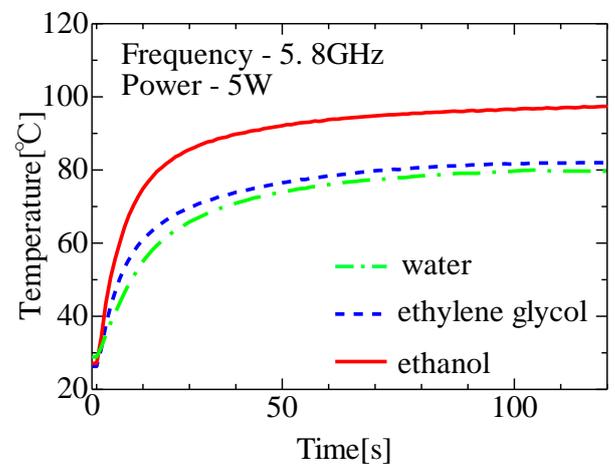


図5 水、エタノール、エチレングリコールの時間に対する温度変化のグラフ

6 むすび

5.8GHz 帯同軸線路型反応チャンバーの試作及び水、エタノール、エチレングリコールそれぞれ溶媒に対して昇温実験を行った。実験結果より、5W のマイクロ波を入力した時、どの溶媒でも 60 秒程度までで急速に温度が上昇することを確認した。これにより、5.8GHz 帯同軸線路型反応チャンバーを化学分野へ応用することの可能性を示すことができたと考える。今後は溶媒を循環させ、錯体合成や金属ナノ粒子の精製が可能であるかを検証する。

参考文献

- 1) 和田, 竹内, マイクロ波化学プロセス技術, シーエムシー出版, 2006.
- 2) 山下, 岸, 岸原, 松村, “半導体マイクロ波発振器を用いた高効率化学反応システムの検討,” 第10回日本電磁波エネルギー応用学会シンポジウム講演要旨集, P10, pp.156-157, Oct. 2016.
- 3) 漆原, 岸原, 大久保, 山下, 岸, 松村, “5.8GHz 帯

同軸線路型反応チャンバーの設計”, 第 12 回日本電磁波エネルギー応用学会シンポジウム講演要旨集, P16, pp.186-187, Nov. 2018.

- 4) J. BARTHEL, K.BACHHUBER, R. BUCHNER, H. HETZENAUER, “Dielectric Spectra of Some Common Solvents In The Microwave Region. Water and Lower Alcohols “, CHEMICAL PHYSICS LETTERS, Volume 165, number 4, pp369, Jan. 1990.