

大気開放型 CVD 法で得られたセラミックス薄膜の 酸水素炎を用いた熱拡散率測定を試み Attempt to Measure Thermal Diffusivity Using H₂-O₂ Flame of Ceramic Films Obtained by Atmospheric Chemical Vapor Deposition

○本田 秀理、淡 焱鑫、小松 啓志、齋藤 秀俊 (長岡技科大)

°Hidemichi Honda, Yanxin Dan, Keiji Komatsu, Hidetoshi Saitoh

(Nagaoka Univ. Tech.)

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】物体の一部を短時間加熱して他の部分より温度を高くすると、時間経過とともにその熱が物体全体に広がり、最終的には均一な温度となる。このような時間変化に伴う熱の移動は、熱拡散率と定義される。固体材料の熱拡散率は、レーザーフラッシュ法やステップ加熱法など、光加熱による温度応答を計測し導出するのが一般的である¹⁾。高精度な薄膜試料の熱拡散率の算出には十分な厚みを要し、また面内の光加熱を均一化し、1次元熱伝導近似法における誤差の影響を低減することが求められる。本法では、酸水素炎を用いた簡便な熱拡散率の測定を提案する。試料を回転治具に固定し回転し、周期的に熱源である酸水素炎を通過させ、加熱と冷却を繰り返す。この時、周期的に一定出力の熱を入力していることから、レーザーフラッシュ法等と同様に試料の表面と裏面の温度を測定できれば、その場で簡素かつ容易に熱拡散率を得られないかと考えた。本法では、大気開放型化学気相析出(CVD)法で得られる不純物や結晶欠陥が非常に少ないセラミックス膜 (TiO₂)²⁾をモデルに、酸水素炎を用いたセラミックス薄膜の熱拡散率測定を試みた。

【実験方法】オルトチタン酸テトライソプロピル(TTIP)を出発原料として、大気開放型 CVD 装置を用いて二酸化チタン膜を作製した。TTIP を気化器に装填し、80°Cで気化させた。気化した原料ガスを輸送するキャリアガスにはN₂ガスを使用し、流量は3 L/minとしてノズルから基板に吹き付けた。配管、ノズル温度は内部での析出を防ぐため110°Cに設定した。基板を加熱するための加熱台温度は400、500、600°Cで変化させ、それぞれ2時間製膜した。ノズルと基板との距離は実験を通して25 mmで一定とした。基板として、多結晶アルミナ基板(25×60×0.5 mm³)を使用した。各試料の結晶構造はX線回折(XRD)法を用いて評価した。Figure 1に熱拡散率測定装置の概略図を示す。熱入力はスプレーガン(6P-II: Sulzer Metco 製)にて行い、熱源として酸水素炎(H₂: 32.5 L/min、O₂: 43.0 L/min)を用いた。試料を上下から挟み回転治具に固定し、60 rpmで回転し周期的に熱入力した。このとき、K型熱電対を用いて試料表面温度及び裏面温度の経時変化を測定した。また、熱入力開始時から100 sの温度応答を、データロガー(SHTDL4-Hispeed: SysCom 製)にて10 ms間隔で記録した。測定した温度の経時変化から位相差を求め、熱拡散率及び熱伝導率を算出した。

【結果と考察】XRD 結果より多結晶アルミナ基板の試料は、アナターゼ型のTiO₂(正方晶)のICDDカードと一致するピークを確認した。Figure 2に多結晶アルミナ基板と多結晶アルミナ基板に600°Cの条件で製膜した試料の熱拡散率測定のプロファイルを示す。位相差から算出された熱拡散率は基板、600°Cの試料でそれぞれ $6.37 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ 、 $6.34 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ となり、製膜後が製膜前より小さな値となった。また、90 sから100 sにおける裏面と表面の温度差は、基板に比べて600°Cの試料が大きくなった。得られたプロファイルの詳細、ならびに算出された熱伝導率に関しては、当日詳細に議論する。

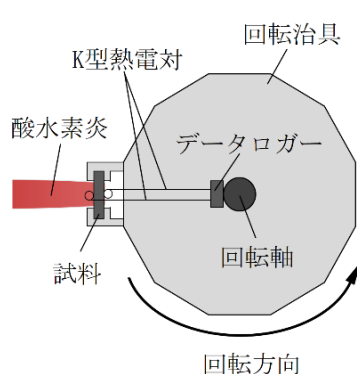


Fig.1. 熱拡散率測定装置の概略図.

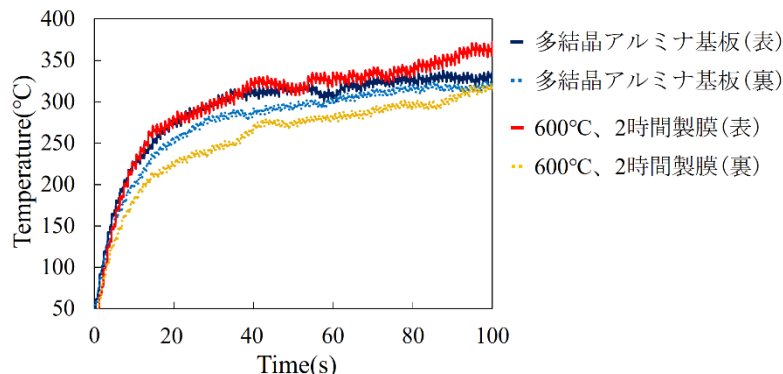


Fig.2. 酸水素炎を用いて得られた試料の温度プロファイル.

- 1) 太田弘道ら、日本セラミックス協会学術論文誌 99 [6] 483-488 (1991).
- 2) N.Tanaka et al, Journal of the Ceramic Society of Japan 105 [7] 551-554 (1997).