

キレートフレイム法で作製した酸化マグネシウム断熱膜の熱伝導率

Thermal Conductivity of Magnesium Oxide Insulating Films Synthesized by Chelate Flame Deposition

長岡技科大¹ 中部キレスト²

○(M1)徐 若暉¹・小松 啓志¹・中村 淳^{1,2}・伊藤 治^{1,2}・斎藤 秀俊¹

Nagaoka University of Technology¹, Chubu Chelest²

○(M1) Ruohui Xu¹, Keiji Komatsu¹, Atsushi Nakamura^{1,2}, Osamu Ito^{1,2}, Hidetoshi Saitoh¹

E-mail:hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】キレートフレイム法は、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)金属錯体などの金属イオンをキレートした金属錯体原料粉末の分解及び担持金属イオンの酸化反応を進行させることで金属酸化物を得る手法である^{1,2)}。この時、燃焼ガスにはアセチレン炎や酸素素炎を用いる。化学反応により形成した金属酸化物は、飛翔中の溶解過程と基板上での固化過程を経て、ミクロンオーダーの金属酸化物層を形成する。基板上での固化過程では、スプラットの形状が変化すると得られる金属酸化物膜の形態や気孔率が変化することから、基材の熱伝導率は重要な因子のひとつとなる³⁾。本研究は、キレートフレイム法を用いて、多孔質な酸化マグネシウム(MgO)膜の作製を目指し、熱伝導率の異なる2種類の基板で製膜実験を行った。原料には、マグネシウムイオンをキレートしたヒドロキシエチルイミノ二酢酸(HIDA)金属錯体、HIDA・Mgを用いた。基板には、アルミニウム合金A5052 (熱伝導率(300℃):約 100 W/(m・K))と SUS 鋳鋼(熱伝導率(300℃):約 80W/(m・K))を選択した。加えて、周期加熱法⁴⁾と呼ばれる簡便な熱拡散率の測定を実施し、熱拡散率と熱伝導率の関係から作製した MgO 膜の熱伝導率を算出した。

【実験方法】HIDA・Mg の原料粉末を原料粉末供給装置(5MPE : Sulzer Metco 社製)に投入し、酸素、窒素をキャリアガスとしてスプレーガン(6P-II : Sulzer Metco)へ搬送し、アルミニウム合金 A5052 基板(50×50×10 mm³)と SUS 鋳鋼基板(48×50×10 mm³)に MgO を製膜させた。燃焼ガスに水素と酸素を選択し、スプレーガンから A5052 基板までの距離は 130 mm とした。供給量は 3 g/min と 5 g/min に設定し製膜を行った。熱入力はスプレーガンにて行い、熱源として酸素素炎(H₂ : 32.5 L/min、O₂ : 43.0 L/min)を用いた。サンプルを回転治具に固定し、60 rpm で回転し周期的に熱入力した。このとき、K 型熱電対を用いてサンプル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 65 s の温度応答を、データロガー(SHTDL4-Hispeed: SysCom 製)に 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。サンプルの結晶構造は X 線回折装置(Ultima IV : Rigaku)で調査した。

【結果と考察】堆積物は、立方晶系 MgO(ICDD:000-04-0829)に同定できた。図 1 に SUS 鋳鋼基板上に作製した MgO 膜(供給量:5g/min)の温度プロファイルを示す。作製した MgO 膜の表面の平均温度は 500℃であり、裏面は 300℃となり、その差は 200℃であった。位相差から算出された熱伝導率を表 1 に示す。文献値から単結晶 MgO の 300-600℃の熱伝導率はそれぞれ約 24.60 W/(m・K), 20.64 W/(m・K), 17.68 W/(m・K)と 15.39 W/(m・K)¹⁾であった。一方、作製した MgO 膜の 300-600℃の熱伝導率は 1.20×10^{-3} - 8.80×10^{-2} W/(m・K)だった。文献値と比べて、大幅に小さくなった。更に、SUS 鋳鋼基板上の MgO 膜の熱伝導率は、A5052 基板上の MgO 膜より高いことが分かった。

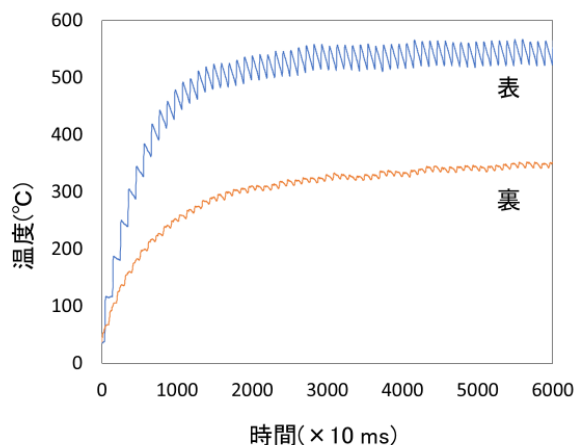


図 1 SUS 鋳鋼基板上に作製した MgO 膜の温度プロファイル

表 1 作製した MgO 膜の熱伝導率

基板	供給量 (g/min)	膜厚 (μm)	温度(°C)	膜の位相差 (Φ ₁)	面直熱伝導率 (W/(m・K))
A5052	3	24.3	400	0.112 × 2π	3.70 × 10 ⁻³
			600	0.079 × 2π	7.55 × 10 ⁻³
	5	27.0	470	0.050 × 2π	1.20 × 10 ⁻³
			600	0.040 × 2π	1.47 × 10 ⁻³
SUS鋳鋼	3	23.8	400	0.011 × 2π	0.214
			520	0.044 × 2π	1.33 × 10 ⁻²
	5	21.0	300	0.015 × 2π	8.80 × 10 ⁻²
			500	0.022 × 2π	4.20 × 10 ⁻²

- 1) YanXin Dan et al, Jpn. J. Appl. Phys. 59, 075507 (2020).
- 2) YanXin Dan et al, Jpn. J.Ceram. Soc., 128, 945-953 (2020).
- 3) K.Komatsu et al, Surf. Coat. Tech., 378, 125037 (2019).