

管内壁への機能薄膜形成技術の開発

材料革新サステイナブルテクノロジー研究室 1170025 岡 幸利

1. 緒言

管は、我々の生活を陰で支える非常に重要な工業製品のひとつである。例を挙げると、水道管やガス配管、蛍光灯、プラズマアレイディスプレイ、更には医療用の人工血管など、多岐に渡る用途で利用されている。その利益性の高さ故に、管の作製には管内を流れる流体に対する耐食性や潤滑性、耐摩耗性、耐熱性、浸透性を考慮し品質を保つ必要性が存在するが、一般的な管は工業的な大量生産に基づき作製されるため、細かなレベルの欠陥が少なからず存在する。このような問題に対し、当研究室で開発を行っている、大気圧下で機能薄膜を作製する技術であるミストCVD法⁽¹⁾を用いれば、より高品質で欠陥の無い、ナノレベルで緻密なコーティングができるのではないかと考えた。

現在ミストCVD法は、主に平板に対して機能薄膜作製を行っているが、その成膜理論では反応路においてミスト液滴がライデンフロスト状態⁽²⁾⁽³⁾になっていると仮定されている。そのため図1に示すような、ライデンフロスト効果により蒸気膜に覆われたミスト液滴は、立体物壁面に対しても走る⁽⁴⁾と理論づけられており、均一かつ高品質な機能薄膜作製が平板同様可能であると考えられている。

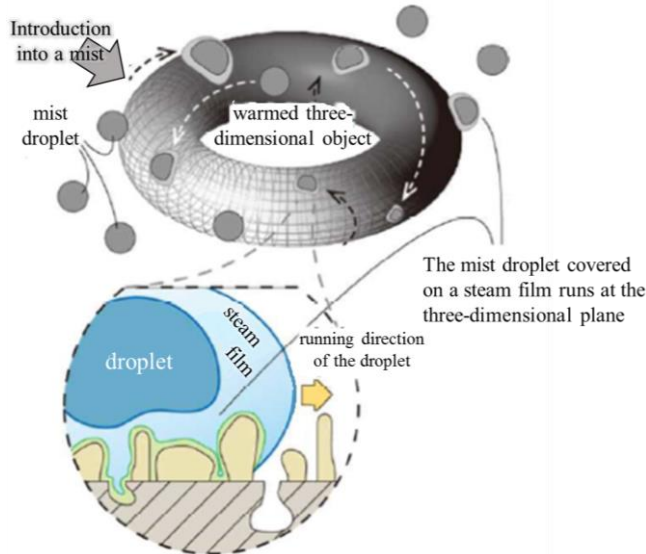


Fig.1 Schematic image of uniform thin film fabrication on the three-dimensional surface using the Leidenfrost state.

本研究では、このような理論を実証し、立体物壁面に対し大気圧下で高品質な薄膜の製作を可能とする第4世代ミストCVDを開発するためにに行った、装置内の流路解析結果と、試作機を用いた成膜実験の結果、そしてそれらの比較検討、考察を報告する。

2. 流路解析

第4世代ミストCVDの開発に先立ち、試作機の安定した実験環境の確立を目指す必要がある。そこでまずは、最適条件を選定するために成膜部の流路解析を行うこととした。本研究では汎用熱流体解析ソフトウェアであるANSYS FLUENTを用いた2次元シミュレーションを活用し、装置の問題点お

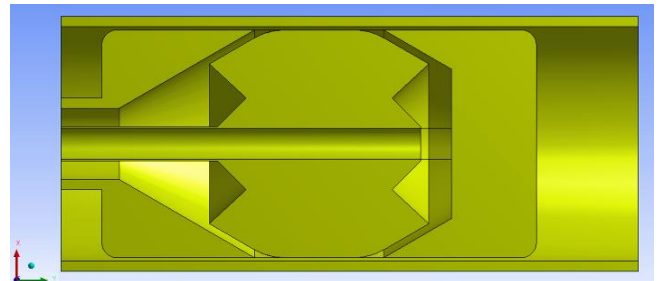


Fig.2 Cross section view of the nozzle

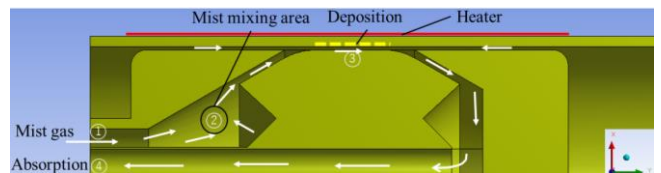


Fig.3 Flow of the duct

よび最適な実験条件を判断する。

成膜を行うノズル部の解析モデルを図2に示す。このモデルでは図3の矢印で示すように①からミストガスを流入し、②部でミストを整流させる機構を経て③成膜部へ送る。その後成膜部を通過したミストは④で吸引を行うことで反応部外での粉化を防ぐ構造体となっている。

このモデルで2次元シミュレーションを行い、成膜部の流速が10m/sとなる場合を最適解とした際の、流入口における流速境界条件を決定するために、吸引あり、なしの2パターンに分け判断することとした。表1に解析条件を示す。

Table.1 Analysis condition

Time change	: Static state
Gravitational acceleration	: -9.80665 m/s
Heater temperature	: 700 K
Fluid material	: N ₂ +Steam
Solid material	: Aluminum

解析結果を見ると、吸引なしの場合は侵入流速8.0m/sの時に、成膜部流速10m/sを得ることができた。一方で、吸引ありの場合は吸引圧力の値によって成膜部流速が異なる値を示す結果となった。また、吸引圧力が低いと装置外にミストが流れ出てしまい、高いと装置外から流れ込む空気が成膜部でのミストの濃度を低下させていることが分かった。そこでミストが外部へ流れ出ず、かつ成膜部で高濃度を保つような侵入流速に対する吸引圧力の調整を行った。図4に侵入流速と吸引圧力の調整ができた際の体積分率を示す。

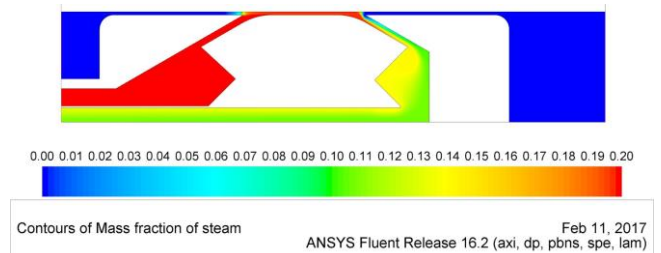


Fig.4 Volume fraction

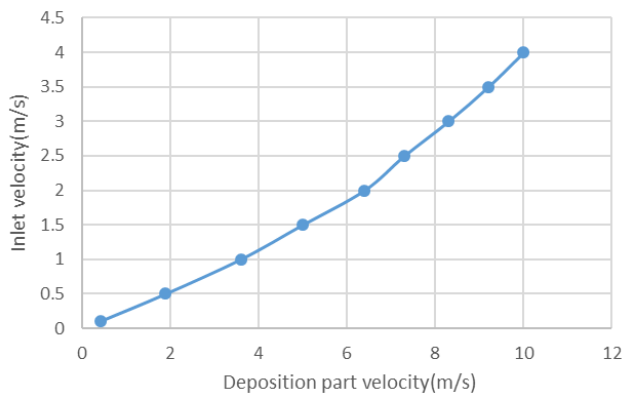


Fig.5 Relations of deposition part velocity and inlet velocity

次に、この状態で成膜部流速が10m/sとなるように侵入流速と吸引圧力を調整しながら解析を行った。図5が調整できた際の侵入流速と成膜部流速の値をグラフに示したものである。侵入流速4.0m/s、吸引圧力2095Paの時、成膜部流速10m/sを得ることができた。また装置内の温度分布をみたところ、侵入流速が上がるにつれ成膜部での温度が減少していることが分かった。これは流量が上がったことによりミストが十分に温められずに流れていると考えられる。これらの解析結果から吸引を行うことで、低い侵入流速でも成膜部流速の目標値を得ることができると考えられる。

3. 成膜実験

前述のシミュレーション結果を加味した、第4世代ミストCVDの試作機を作製した。この試作機を用いて成膜実験を行い、立体物壁面への薄膜作製が可能かどうか検証した。試作機を図6に、実験条件を表2に示す。



Fig.6 4generational mist CVD system

Table.2 Experimental condition

Solute	:	Zn(acac) ₂ · H ₂ O
Concentration	:	0.02 mol/L
Solvent	:	Methanol
Heater temperature	:	700 K
Carrier gas	:	N ₂ , 3.0L/min
Dilution gas	:	N ₂ , 5.0L/min
Time	:	10 min
Substrate	:	Quartz

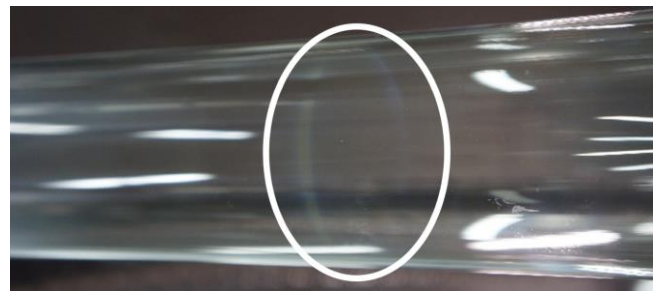


Fig.7 Deposition result to the pipe inner wall

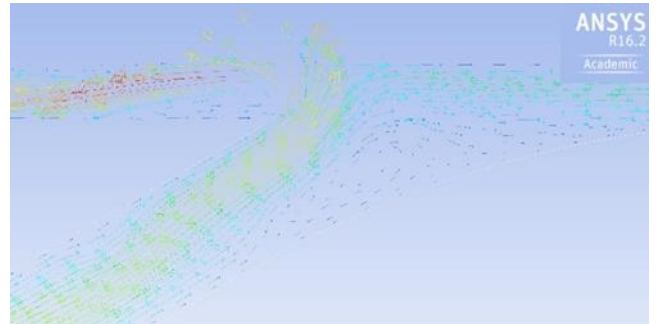


Fig.8 Velocity vectors

実験結果(図7)を見ると、成膜部分にリング状の跡が確認された。この跡が汚れや粉などの付着物でないか調べるため擦って見たところはがれなかったことから成膜ができている可能性が非常に高く、立体物壁面に対しても機能薄膜の作製が可能であると言える結果を得られた。一方で、円管基板壁面に対してリング状に跡が残っていることから、成膜部分の一部しか成膜が行っていない状態であると考えられる。そこで、なぜこの部分だけ成膜ができたのかを数値解析の結果から検討した。図8は前述の解析条件のもと行った解析結果から、成膜部分の速度ベクトルを示したものである。この解析結果を見てみると、成膜部分への合流地点において円管壁面方向に対し、局所的にミスト流が衝突していることがわかる。そのために実際の成膜実験においても、局所的に成膜されそれ以外の部分では成膜されなかったと考えられる。単に流量が足りないなど、他の要素も十分に考えられるため、今後の実験で確認を行う必要がある。

4. 結言

第4世代ミストCVDを開発するために、最適条件の選定をするための流路内解析と、その結果を加味して作製した試作機による成膜実験を行った。装置内のミストが流れる流路の解析では、本モデルでの理想的な条件を算出した。また、解析で得た結果を使用して作製した試作機による成膜実験では、膜が形成されたような跡が確認できた。本研究で得たこれらの結果により、立体表面に対してもミストCVD法の原理を用いれば機能薄膜の作製が可能であると実証することができた。

文献

- (1) T. Kawaharamura: Ph. D. Thesis, Kyoto University, Kyoto (2008)
- (2) B.S.Gottfried, K.J.Bell“FILM BOILING OF SPHEROIDAL DROPLETS”I & EC Fundamentals 5, 561 (1966)
- (3) J.G.Leidenfrost,“De Aquae Communis Nonnullis Qualitatibus Tractatus”,(A Tract about Some Qualities of Common Water),translation of portions to appear in Intern J Heat Mass Transfer (1756)
- (4) Toshiyuki Kawaharamura,“Physics on development of schiwetic openair atmospheric pressure thin film fabrication technique” JJAP 53, 05FF08 (2014)