

K04

熱流束・重量同時計測による2溶媒系フィルムの乾燥速度評価

(九工大) ○今村昇大・(正)山村方人*・(正)馬渡佳秀・(正)鹿毛浩之

1. 緒言 液晶ディスプレイ・電極などで用いられる薄膜は、複数の溶媒を含む多成分溶液によって作成される場合がある。薄膜製造の最終工程となる乾燥は、製品の機能性・品質等を左右する要素であり、乾燥速度の詳細を知ることが重要となる。しかし多成分溶媒系の乾燥速度を独立に評価した例は限られている^[1,2]。本研究では、塗布膜乾燥中の熱流束^[3]と重量を同時測定することで2溶媒系フィルムの新規乾燥速度測定法を開発することを目的とする。

2. 原理 乾燥中の塗布膜を通過する熱流束は、各溶媒の顯熱及び潜熱移動量の合計であるため、次式で与えられる。

$$q(t) = h_{sol}^G(T_s(t) - T_b) + r_A(t)\Delta H_A + r_B(t)\Delta H_B \cdots (1)$$

r_A, r_B はそれぞれ溶媒 A, B の乾燥速度、 $\Delta H_A, \Delta H_B$ は蒸発潜熱である。塗布膜・基板・熱伝導シート・基板とシート間の空気層における温度分布を直線近似すると、膜表面温度 T_s は Eq.(2) で、また測定した重量から求められる溶媒 A, B の合計の乾燥速度 $r_{total}(t)$ は Eq.(3) でそれぞれ表される。

$$T_s = T_s(t) - \left(\frac{h}{\lambda} + \frac{h_s}{\lambda_s} + \frac{h_t}{\lambda_t} + \frac{1}{K} \right) q(t) \cdots (2)$$

$$r_{total} = r_A(t) + r_B(t) \cdots (3)$$

Eq.(1)～(3)を連立することで $r_A(t)$ を求める Eq.(4) が導かれる。

$$r_A(t) = \frac{1}{\Delta H_A - \Delta H_B} \left[\left\{ 1 + \left(\frac{h}{\lambda_A} + \frac{h_s}{\lambda_s} + \frac{h_t}{\lambda_t} + \frac{1}{K} \right) h_{air}^G \right\} q(t) - h_{air}^G (T_s(t) - T_b) - r_{total}(t) \Delta H_B \right] \cdots (4)$$

同様にして $r_B(t)$ を求める式も得られる。 $h \cdot h_s \cdot h_t$ は溶液・基板・シートの厚み、 $\lambda_A(\lambda_B) \cdot \lambda_s \cdot \lambda_t$ はそれに対応する熱伝導率、 $1/K$ は空気層の熱抵抗、 T_b は雰囲気温度である。空気の伝熱係数 h_{air}^G は、溶液未塗布時の熱流束と、基板表面と雰囲気の温度差より求められる。以上より乾燥速度 $r_{total}(t)$ 、熱流束 $q(t)$ と基板底面温度 $T_s(t)$ を測定すれば、各溶媒の乾燥速度を決定できる。

3. 実験装置 実験装置図を Fig.1 に示す。温度制御装置 (MP-10DMFH, Kitazato) にて基板温度を 40°C で一定にした後、初期膜厚 500 μm で溶液を塗布し、塗布膜乾燥中の重量を電子天秤 (LP1200S, Sartris) で測定することで $r_{total}(t)$ を算出した。また、塗布膜乾燥中の熱流束 $q(t)$ ・基板底面温度 ($T_s(t)$) を熱電対内蔵熱流束センサ (感度: 7.52 μV/(W/m²), Captec) より測定し、無線ロガーからコンピューターに出力した。用いた溶媒は、エタノール(EtOH), ブタノール(BuOH), 1-プロパノール(NPA), 酚酸イソプロピル(IA) であり、ポリマーとして液状の polyethylene glycol (PEG) (平均分子量 200g/mol, Aldrich) を用いた。

4. 結果と考察 Fig.2 に EtOH, BuOH, NPA, IA の PEG 溶液における重量法・熱流束法での定率乾燥速度の比較を示す。両者の誤差は IA: 5.6%, EtOH: 10.8%, NPA: 36.5%, BuOH: 34.6% であり、蒸気圧が高い溶媒ほど測定精度が高い。Fig.3 に重量比 EtOH:IA:PEG=50:50:30 の三成分系溶液の乾燥速度を示す。この結果から、EtOH に比べ高揮発成分である IA が速く乾燥しており、IA が

完全に蒸発した後も溶液中に残留している EtOH の乾燥が続いていることが分かる。しかしながら、乾燥初期に速度の急激な増加・減少が生じること、乾燥末期に IA の乾燥速度が非現実的な負の値をとるなどの問題点があり、さらに測定精度向上の必要がある。

5. 結論 塗布膜乾燥中の熱流束と重量の同時測定より 2 溶媒系の乾燥速度を独立に求めることが可能である。

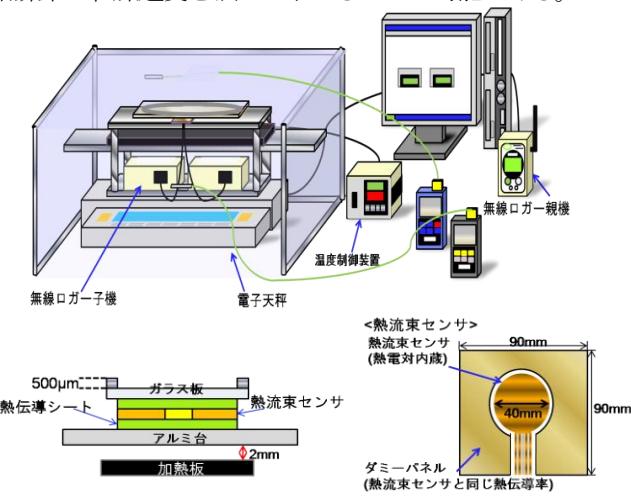


Fig.1 Experimental apparatus

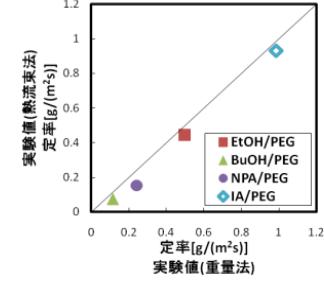


Fig.2 The measurement error of binary in mass and heat flux measurements.

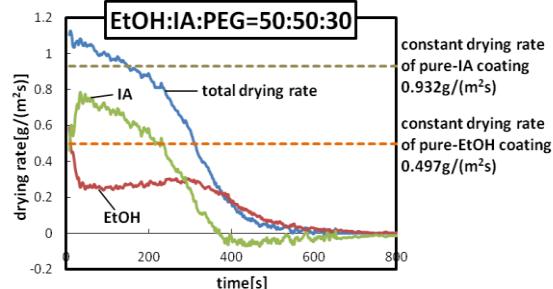


Fig.3 Time dependent change of total, W, and NPA drying rate.

参考文献 [1] R. Saure, G.R. Wagner, E.-U. Schlunder, Surface and Coatings Technology, 99, 257-265, (1998), [2] Madhu Vinjamur and Richard A. Cairncross, DRYING TECHNOLOGY, 19(8), 1951-1612, (2001), [3] M. Yamamura, DRYING TECHNOLOGY, 27: 817-820, (2009)

*Tel. 093-884-3344 Fax. 093-884-3300

yamamura@che.kyutech.ac.jp