

機関番号：53302

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560407

研究課題名（和文） 新規な熱波顕微鏡システムによる透明電極の熱物性評価法の開発

研究課題名（英文） Development of thermo-physical properties evaluation method of transparent electrode by thermal wave microscope system

研究代表者

南出 章幸 (MINAMIDE AKIYUKI)

金沢工業高等専門学校・電気電子工学科・教授

研究者番号：20259849

研究成果の概要（和文）：

本研究では、新規な“熱波顕微鏡システム”を提案し、透明電極の熱物性の簡単な評価法を開発することを目的とする。

まず、透明電極の熱拡散率を推定する前段階として、比較的入手しやすく、その物性値が明らかとなっている高分子透明膜を使って、本研究で提案した透明膜の熱拡散率推定法が実際の測定に使えるかどうかを確かめた。透高分子透明膜として PET シート、ポリイミド、PVDF 膜を準備し、それぞれの熱拡散率の推定を行った。その結果、PET シートおよびポリイミドはメーカー公表値とかなり良い一致を示し、提案した方法が使えることが明らかとなった。

研究成果の概要（英文）：

The main goal of our present research is to develop a multi-purpose type of laser induced thermal wave microscope (LITWM) which can be fully used for transparent electrode. As a first step to develop, we intend to develop measurement technique of thermal diffusivity of the high polymer transparent film. Actual thermal diffusivity, α , may be different remarkably with a value estimated from physical parameters of film published by maker because it depends strongly on the crystallization temperature, mechanical stress, casting solvent, electric field and other conditions.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008 年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2009 年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2010 年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：計測工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・計測工学

キーワード：光音響法、熱物性評価、透明膜

1. 研究開始当初の背景

近年、産業界では薄膜を使った製品が数多く造られている。特に透明電極である ITO

(酸化インジウムスズ) 膜は液晶パネルや有機 EL パネルなどのフラットパネルディスプレイ用の電極として、さらには太陽電池、タ

タッチパネル、青色発光ダイオードの電極としても使用されており、現在の産業界にはなくてはならないものとなっている。しかし、インジウム資源の枯渇問題が深刻化、このままの利用状態であれば 2011 年には枯渇するという予想もあり、危機感が高まっている。そのため、ZnO（酸化亜鉛）薄膜など、インジウムを使わない新しい代替材料を使った透明電極の開発も活発化している。ZnO であれば地球上に豊富にある材料であるため、安価でしかも資源問題を考慮する必要がほとんどないこと、毒性や環境汚染の心配がないことなどから非常に期待されている。

しかし、このように次々に新しい透明電極が開発されてきているが、いずれの薄膜もその光学特性や電気特性についてはかなり把握されている一方、その熱特性についてはほとんど調べられていないように思われる。デバイスの高度化・高集積化をするためには発生熱エネルギーの除去が深刻な問題であるという指摘もあり、薄膜の熱物性の把握が必要不可欠となる。特に次世代ディスプレイと言われる有機 EL は熱に非常に弱く、現状では大画面化が困難とされている。このような背景で、透明電極の熱特性の把握は極めて重要な問題であるが、透明電極薄膜の代表的な熱物性である熱拡散率や熱伝導率ですら測定されていない場合が多い。この原因には、薄膜はバルク材料とは異なり作成手法や作成時の蒸着環境によってその物性が変化することに加え、薄膜の熱物性を容易に測定する方法がないことに起因していると考えられる。

2. 研究の目的

本研究では、申請者がこれまでに開発してきた光音響顕微鏡システムを改良した新規な“熱波顕微鏡システム”を提案し、透明電極の熱物性の簡単な評価法を開発することを目的とする。

3. 研究の方法

光音響顕微鏡システムを改良した“熱波顕微鏡システム”を試作する。透明膜は光透過率が高いため、いかにして熱源を形成させるかがこの研究の鍵となる。光吸収率が低い材料の熱源形成方法として、(1) バック材を利用する方法と(2) 表面プラズモンを利用する方法を検討したが、簡単に信号を測定できる利点がある(1) バック材を利用する方法による透明膜の熱拡散率推定法の確立を検討する。

透明電極の熱拡散率を推定する前段階として、比較的入手しやすく、その物性値が明らかとなっている高分子透明膜を使って、本研究で提案した透明膜の熱拡散率推定法が実際の測定に使えるかどうかを確かめる。

実際の測定の前にシミュレーションにて、材料の物性値と発生信号および熱物性評価法を検討する。理論的な検討を行った後、実験的な検討を行った。

高分子透明膜として入手しやすく、物性値が明らかである PET シート、ポリイミド (PI)、PVDF 膜を準備し、それぞれの熱拡散率の推定を行った。

表 1 は変調周波数が 10Hz の時の各材料の熱波インピーダンスを示す。黒鉛の熱波インピーダンスは空気の約 2500 倍であるので、黒鉛上にそのまま透明膜を付けても境界面で熱波の反射が生じ、透明膜に熱波が入り込まない。そこで、黒鉛基板と透明膜はエポキシ系接着剤で接合し、熱波インピーダンスのマッチングを行った。

表 1 熱波インピーダンスの比較

(周波数 10 Hz)

Material	TW impedance
Carbon	1.1×10^5
Air	4.4×10
Epoxy resin	4.6×10^3

4. 研究成果

図 1 は高分子透明膜の熱拡散率の測定原理を示す。基板には、厚さ 3 mm 大きさ 1 cm^2 の黒鉛（東洋炭素：ISEM-3）を使い、表面の半分に測定高分子透明膜を貼り付ける簡単なものである。レーザ照射は、高分子透明膜を貼り付けた部分と黒鉛のみの部分で行いレーザ光変調周波数 f の変化に対するレーザ熱波信号の位相差を求めることで、膜の熱拡散率を推定できる。

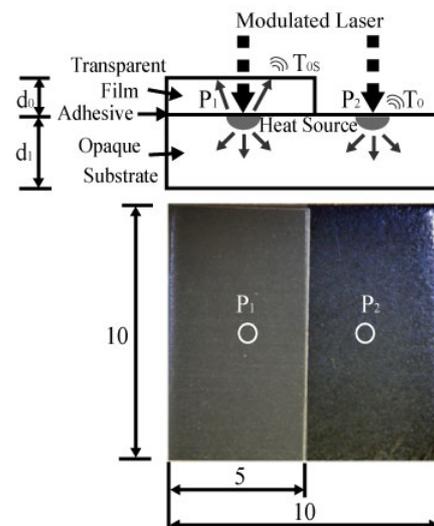


図 1 試料の概要

図2は測定系を示す。試料表面でビーム径は300 μm、その出力は9 mWである。レーザー光を、音響光学変調器 (AOM) によって断続光に変換した後、試料に照射した。レーザー熱波信号は、マイクロフォンで電気信号に変換し、ロックイン増幅器に入力した後、パソコンでデータ処理をした。

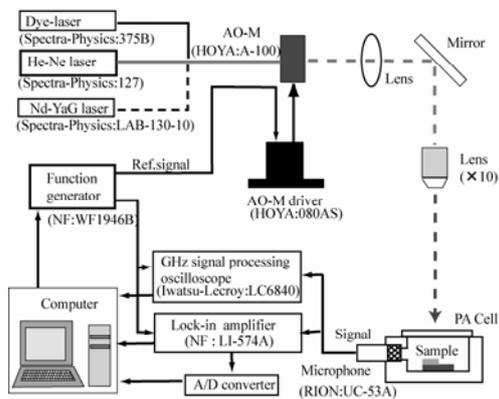


図2 測定システム

まず、熱源を形成する黒鉛基板の表面状態が、測定結果に影響を及ぼす可能性について検討した。黒鉛基板の表面を研磨剤で人工的に変え、それぞれの状態に対するレーザー熱波信号の変調周波数依存性 (f 依存性) の測定を行った。表2はこの結果をまとめたものである。

得られたレーザー熱波信号振幅の f 依存性は、 $f^{-0.9}$ となり、R-G 理論から推定された $f^{-1.0}$ 依存性と非常に近い値であった。以上の事実から黒鉛表面の粗さにばらつきがあっても熱源および熱波の伝搬特性にはほとんど影響しないことが確かめられた。

表2 基板の表面状態の違いによる信号の周波数依存性の相違

Abradant	f dependence of TW signal
Alumina powder 1, 0.3, and 0.06 μm	$f^{-0.9}$
Alumina powder 1 and 0.3 μm	$f^{-0.9}$
Alumina powder 1 μm	$f^{-0.9}$
without Alumina powder (emery paper only)	$f^{-0.9}$

図3は58 μmのPVDFにおける測定結果を示す。シミュレーションより、膜厚 d_0 と熱拡散距離 μ_0 の比が1.2~2.0の範囲に相当する $f=10\sim31$ Hzの範囲で測定を行った。最小二乗法により求めた傾きから得られたPVDFの熱拡散率 α は $4.5 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ となった。この値は、メーカーの比熱、密度、熱伝導率から計算された値 $\alpha_0=7.9 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ と若干のへだたりがあった。このずれが、測定系によるものかあるいは膜の性質によるものかを確かめるために、他の高分子透明膜の熱拡散率の測定を試みた。

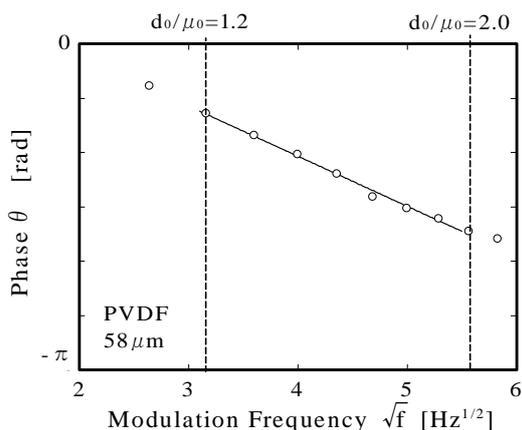


図3 PVDFの測定結果

図4に、PETシートの測定結果を示す。 μ_0 が86~50 μmに相当する $f=4\sim12$ Hzの範囲で測定を行った。推定された α は $11 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ となり、メーカー公表値 α_0 とかなり近い値であった。さらに、ポリイミド (PI) についても測定を試み、メーカーの公表値にかなり近い値を得ることができた。

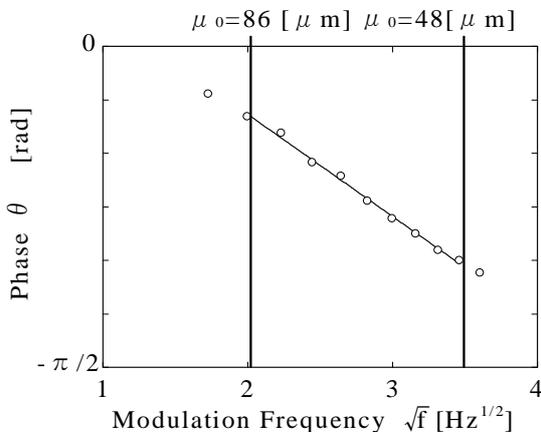


図4 PETシートの測定結果

表3はそれらの実験結果をまとめたものである。PVDF 以外、メーカーの物性定数から計算された α_0 とかなりよい一致が得られ、我々の測定法が使えることが分かった。

表3 熱拡散率推定結果

film	d[μm]	α [m^2/s]	Company
PVDF	28	3.9×10^{-8}	Tokyo Sensor
PVDF	52	3.4×10^{-8}	Tokyo Sensor
PET	100	1.25×10^{-7}	Teijin Chemicals
PI	25	1.29×10^{-7}	DuPont Toray

本研究で開発した熱波顕微鏡による透明膜の熱拡散率推定は、これまで評価することが困難であった透明膜の熱拡散率を大気中で簡単に測定できる利点を有する。使用するレーザー光の出力も 10mW 以下と極めて低出力であり、将来的には生産現場での製品検査にも使える装置となり得ると考えている。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計3件)

- ① A. Minamide, H. Kobayashi, M. Yoshimura, K. Aizawa and Y. Tokunaga: "Estimation of Thermal Diffusibilities of High Polymer Transparent Films by Laser-Induced Thermal Wave", The 30th Symposium of Ultrasonic Electronics (2009) pp.219-220. 査読有
- ② 得永嘉明, 南出章幸, 會澤康治: "レーザー熱波顕微鏡システムの進化的開発", 化学工業社Vol.60, No.9 (2009) pp.50-54. 査読有
- ③ 得永嘉明, 小林弘幸, 會澤康治, 南出章幸: "レーザー誘起熱波を使う透明高分子膜の熱拡散率の推定法の検討" 電子情報通信学会技術研究報告, Vol. US2009, No. 55 (2009) pp. 5-8. 査読なし

[学会発表] (計1件)

- ① A. Minamide and Y. Tokunaga: "Material Evaluation with New Modulation Method in Photoacoustic Technique" 2009 IEEE Ultrasonic Symposium (September 22, 2009), (Ergife Palace Hotel, Roma, Italy)

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

名称:

発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
取得年月日:
国内外の別:

[その他]
ホームページ等
なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

南出 章幸 (MINAMIDE AKIYUKI)

金沢工業高等専門学校・電気電子工学科・教授

研究者番号: 20259849

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号: