

加熱中の固液界面のナノスケール 3次元計測による沸騰開始プロセスの解明

Elucidation of the onset of boiling process by nanoscale 3D measurements of the solid-liquid interface during heating

研究代表者 九州大学大学院工学研究院 助教 手嶋秀彰

Hideaki Teshima

This study aims to experimentally obtain knowledge that leads to the initial stage of onset of nucleate boiling by using atomic force microscopy. First, although we tried to fabricate a “liquid-film cell,” which suppress heat convection, it could not be successfully prepared due to an undesired breakage of a silicon nitride window during focused ion beam irradiation, which induced by the residual stress. Thus, we took different approach: the observation of the three-phase contact line of nanodroplets during heating. Specifically, condensed glycerol droplets less than 1 μm meter were heated to induce evaporation by a laser irradiation, and their three-dimensional shapes were measured by AFM before and after evaporation. The comparison of shapes indicates that the contact line of the nanoscale fluids is strongly pinned even by angstrom-scale surface roughness. This result is a valuable knowledge for the understanding of the stability of the nanoscale cavities.

要旨

この研究では、未解明な点が多く残る沸騰現象開始プロセスの新たな知見を得るために、原子間力顕微鏡を用いた加熱中の固液界面のナノスケール 3次元計測に挑戦した。まず、熱対流を抑える「液膜セル」の開発に尽力したが、残留応力によって集束イオンビームの照射中にシリコン窒化膜が破損してしまいその開発が困難であることが判明した。そこで異なるアプローチでの研究を進行した。具体的には、直径 1 μm 以下のグリセロールのナノ液滴を基板上に生成し、レーザー加熱による蒸発前後での形状変化を観察した。その結果、これまで無視できると考えられていたサブナノスケールの表面粗さであってもナノサイズの接触線には強力なピンニングサイトとして働くことが明らかになった。これは既存の理論では考慮されていなかったナノサイズの気泡核(キャビティ)の存在を示唆する重要な結果である。

1. まえがき

液相から気相へ相変化する際の潜熱を利用する沸騰熱伝達は他の手段に比べて 10 倍以上高い熱輸送性能を示し、ボイラーや原子炉の冷却をはじめとして幅広く応用されている。電気自動車用パワー半導体やスマートフォンの高発熱密度化が進む現代社会ではその期待度がより一層増しているが、昇温から沸騰開始点までの発泡開始プロセスが依然として未

解明であるため、安定した沸騰冷却開始が必ずしも保証されておらず採用に躊躇する企業も多い。この原因は、加熱面の観察精度が光の回折限界(サブミクロンスケール)にとどまっていることに尽きる。例えばキャビティといった固体表面の構造が発泡開始に影響を与えるのは広く知られた事実であり、近年では伝熱面の高効率化を目指してナノスケールの構造を有した伝熱面の研究が盛んに行われているが、その詳細な物理機構は殆ど理解されておらず、精緻な観察に基づいた現象の究明は必要不可欠である。

そこで本研究では、探針と試料の間に働く力を検知することで試料表面形状を計測する原子間力顕微鏡(AFM)を用いて、加熱中の固液界面のナノスケール 3次元計測を実現し、核沸騰の最初期段階につながる知見を実験的に得ることを目的とした。

2. 実験結果

2.1 液膜セルと延伸探針の作製

まず、加熱液中の固液界面の AFM 直接観察を可能にすることを目標にし、熱対流を防ぐ「液膜セル」とセルと AFM 探針の干渉を防ぐ「延伸探針」の作製を試みた(図 1(a))。延伸探針に関しては、既存の AFM 探針の先端に直径 30 μm のタングステン棒をマイクロマニピュレータを用いて取り付け、収束イオンビーム(FIB)で先鋭化することで AFM 計測を可能にした(図 1(b))。実際、振幅変調モード AFM 計測で基板

表面の形状計測が可能であることを確認できている。一方で、液膜セルは完成に至らなかった。具体的には、AFM計測用の穴(50×50 μm)を酸化シリコン膜に開ける際、アニール処理条件やFIB照射条件を変更しても望まない領域まで割れてしまい、液膜セルとして実用できないことがわかった(図1(c))。現時点で有効な打開策は見いだせていないため、2.2節に示す異なるアプローチで研究を続けることにした。

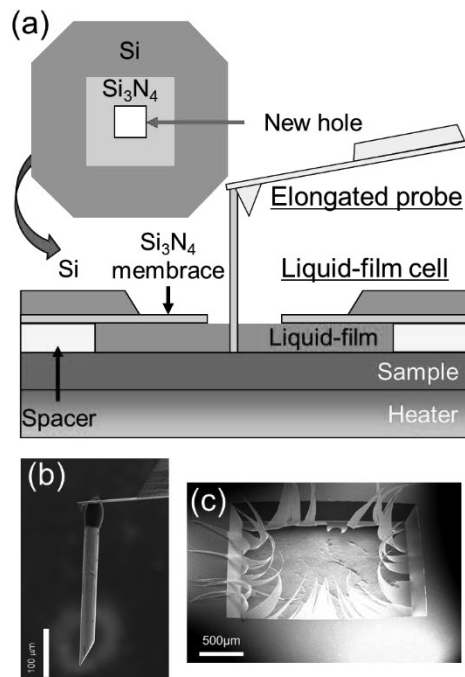


図1 (a)液膜セルと延伸AFM探針の概念図。(b)作製に成功した延伸AFM探針と(c)壊れた液膜セルの走査型電子顕微鏡画像。

2.2 加熱されるナノ液滴の固気液相界面計測

グリセロールでできたナノ液滴を酸化シリコン基板上に生成させる(図2(a))。レーザー加熱によってナノ液滴の蒸発を誘起させ、その形状変化をAFMで観察した。図2(b)は加熱前後のナノ液滴の断面図である。高さ方向は顕著に減少している一方、接触線位置は全く変化していない。これは接触線が強く固定(ピンング)されていることを意味している。ピンング効果は基板の表面粗さによって生じるが、酸化シリコン基板は算術平均粗さ0.222 nmと極めて平坦である。この結果は、分子スケールの表面粗さでもナノスケール流体には強力なピンングサイトとして働くことを意味しており、強力なピンングがない限り存在できないと考えられていたナノサイズの残留ガスキャビティが基板面上に偏在できる可能性を示す重要な結果である。

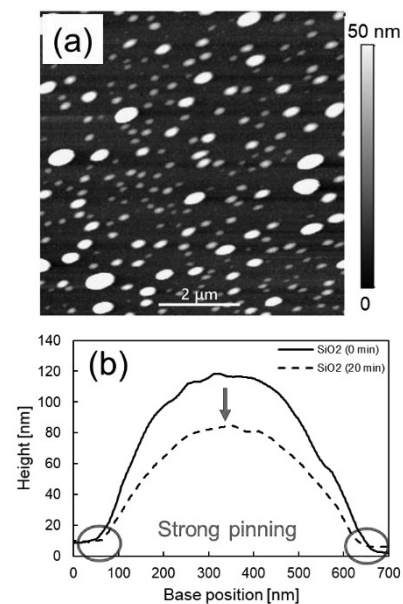


図2 (a)酸化シリコン基板上に生成されたグリセロールナノ液滴のAFM画像。(b)蒸発前後のナノ液滴の断面図。接触線に強力なピンングが働いていることを示唆している。

口頭発表、受賞等

[国際会議]

- [1] Yuta Heima, Hideaki Teshima, and Koji Takahashi, AFM Measurements of Nanodroplets Condensed on Subnano-Scale Rough Surfaces, 11th International Conference On Boiling and Condensation Heat Transfer, Edinburgh, May 2023
- [2] Yuta Heima, Hideaki Teshima, and Koji Takahashi, Experimental Investigation of Nanodroplet Wetting by Atomic Force Microscopy, 33rd International Symposium on Transport Phenomena, Kumamoto, September 2023

[国内会議]

- [3] 平間裕大, 手嶋秀彰, 高橋厚史, オンゲストロームスケールの表面不均一によるナノ液滴の三相界面線ピンング, 第60回日本伝熱シンポジウム, 福岡, 2023年5月.