

「Steering and in situ monitoring of drying phenomena during film fabrication」

Fabian Sheepers, Andrea Stähler, Markus Stähler, Marcelo Carmo,  
Journal of Coatings Technology and Research Vol. 16, Issue 5, pp1213-1221 (2019)

文献紹介：小城英彰（京セラ）

<要旨>

成膜中に観察される亀裂や剥離現象が、エネルギー関連の新材料の発見と特性評価の妨げになっている。本研究では、電極製造工程で一般的に使用される乾燥パラメーター、もしくはその掴みの部分について新たなアプローチを報告する。乾燥中の懸濁液の組成に影響を与える溶媒の蒸発速度を正確にその場で制御、観察することができた。

蒸発する溶媒の選択を正確に制御することで、膜内部の毛管力の調整を図った。経時で表面張力が増加すると大きな亀裂が入り、膜の剥離が発生した。n-プロパノールと水の混合系を使用して、乾燥中のガス交換を減少させるかあるいはガスの水蒸気予圧によって膜中の水分濃度を高めておくと、致命的な亀裂が形成される。ガス交換速度を上げると水の残分が下がり、表面に小さな亀裂のみ発生する。また、驚くべきことに実験結果から乾燥温度は亀裂の形成にはほぼ影響を与えないことが示された。乾燥段階が製品特性に大きな影響を与え、制御できることが示されたこれらの結果は、将来の電極開発にとって基盤となる意味を持つ。

<結論からの抜粋>

1. 亀裂の形成は溶媒の選択的な乾燥と相関があり、乾燥条件の変更によって制御できる。
2. 乾燥中に経時で水分がリッチになると、亀裂は大きく発達し、表面張力の増大と基材側の表面エネルギーの低下によって基材からの剥離が発生する。
3. n-プロパノールがリッチになると、表面張力が減少し毛管力が低下する。この場合、膜の表面に小さな亀裂が発生するだけとなる。
4. 温度は乾燥時の(溶媒の)選択性には影響を与えない。しかし、高温では乾燥時間は短くなる。亀裂形成には影響しない。
5. 乾燥時間と(溶媒の)選択性の両方に影響を与えるので、ガス速度は重要である。ガス交換が早ければ乾燥時間が短くなる一方で n-プロパノールが残り易くなる。ガス交換が遅ければ乾燥時間が長くなり水が残り易くなる。ただし、懸濁液の水分が最初からリッチな場合は乾燥起因の亀裂は明確ではない。
6. ガスの蒸気分圧が増大するにつれて乾燥は遅くなり、液相中の水分がリッチとなる。