

表面分析による過熱蒸気処理効果の解析

中村 勲^{*1)}

Investigation of superheated steam treatment effects by a surface analysis method

Isao Nakamura^{*1)}

キーワード：過熱蒸気処理，アルミニウム，水酸化アルミニウム，エックス線光電子分光分析

Keywords：Superheated steam treatment, Aluminum, Aluminum hydroxide, X-ray photoelectron spectroscopy

1. まえがき

過熱蒸気とは沸点より高い温度に加熱した水蒸気であり，大気圧では100℃以上の水蒸気のことを指す⁽¹⁾。過熱蒸気には，低温の物質に触れると凝縮し熱を与えて物質の温度を上げる水蒸気の性質と，過熱空気のように物質を加熱する性質がある。過熱蒸気処理は，このような性質を利用して，乾燥，洗浄，殺菌，食品加工および炭化・減容（廃棄物処理）など幅広い分野で用いられている処理方法である⁽²⁾⁻⁽⁵⁾。

過熱蒸気処理を表面処理手法として応用する場合には，表面で生じる作用を把握することは重要である。そこで本研究では，過熱蒸気が表面を洗浄する効果に着目し，アルミニウム板表面のコンタミ由来の炭素濃度変化を中心に，過熱蒸気曝露により生じる効果を表面分析および表面観察により検討した。

2. 実験方法

2.1 過熱蒸気処理 試料基板は工業用純アルミニウム（純度99.5%，A1050）とし，アセトン中で超音波洗浄を施した試料（以下，未処理Alという）と，表面にナノメートルオーダーの凹凸を持つ水酸化皮膜を付与する目的で沸騰純水中で5分間煮沸した試料（以下，熱水処理Alという）⁽⁶⁾の2種類を用意した。

図1(a)に過熱蒸気処理装置の外観を示す。ボイラー加

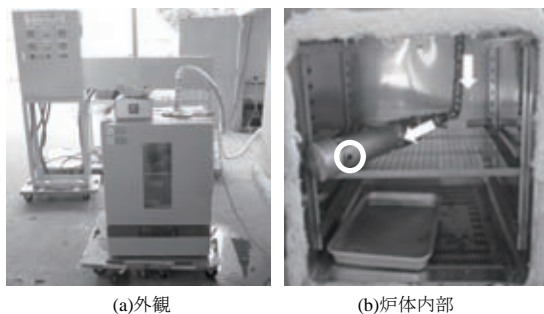


図1. 過熱蒸気処理装置

熱により水道水を100℃に加熱し，次に過熱蒸気発生装置にて2次加熱を行い100℃以上の過熱蒸気を得た。図1(b)の炉体内部に示すように，パイプ内に設置された試料に過熱蒸気が曝露される。蒸気噴出し口での過熱蒸気温度を270℃に設定した（図1(b)白丸部）。曝露時間は0,3,5,10,30,60および90min，蒸気速度を3.0,5.5,7.0および10.0m/sと変化させた。

2.2 評価方法 表面の組成および化学結合状態をエックス線光電子分光法（XPS）により測定した。Arイオンエッチングを併用した深さ方向元素分析を行った。Arイオンの加速電圧は1kV，エッチング速度はSiO₂換算で約2nm/sであった。高分解能走査型電子顕微鏡（FE-SEM）を用いて表面観察を行い，原子力間顕微鏡（AFM）により平均表面粗さRaを求めた。

3. 実験結果

3.1 表面炭素濃度変化 過熱蒸気曝露により，最表面のコンタミ由来の炭素濃度の変化をXPSにより測定した。蒸気速度を5.5m/sとして，曝露時間に対する最表面の炭素濃度変化を図2(a)に示す。曝露時間0minでは未処理Alおよび熱水処理Alの炭素濃度は，それぞれ9.7および41.1at.%であった。過熱蒸気に曝露することで炭素濃度は低減するが，曝露時間10min以降でそれぞれ20.0および5.6at.%と，ほぼ一定となった。

曝露時間を10minとしたときの，蒸気速度に対する炭素

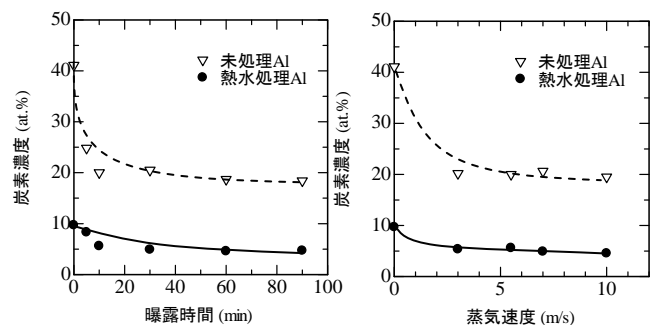


図2. XPSで測定した最表面の炭素濃度

*1) 城南支所

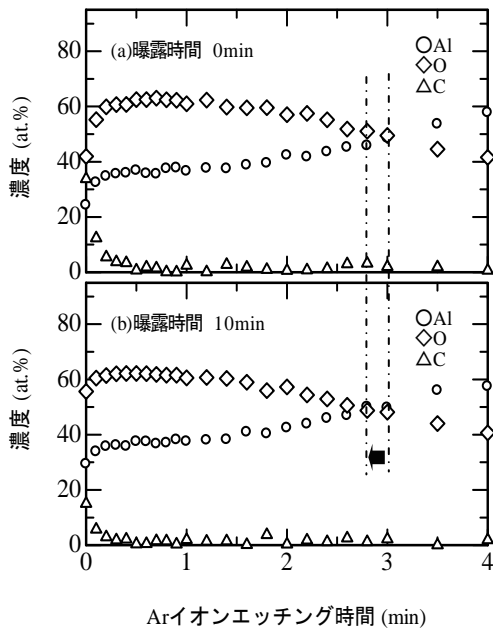


図3. XPSで測定した未処理Alの深さ方向分析

濃度変化を調べた(図2(b)).蒸気速度3.0m/sで未処理Alおよび熱水処理熱水処理Alの炭素濃度は低減するが、蒸気速度を上げても、炭素濃度の更なる低減は見られなかった。

3.2 深さ方向元素分析 次に未処理Alの過熱蒸気曝露前後の深さ方向元素分析を行った結果を図3に示す。横軸はArイオンエッチング時間(min)、縦軸は濃度(at.%)である。曝露時間0minではArイオンエッチング時間3minでアルミニウム(Al)と酸素(O)が交差し、清浄なアルミニウム面が現れる。それに対して、曝露時間10minではArイオンエッチング時間2.8minで清浄面が現れ、炭素(C)の分布層は曝露時間0minと比較して若干薄くなっている。

3.3 表面観察 過熱蒸気曝露による熱水処理Alの表面形態の変化を調べるために、FE-SEMにより表面観察を行った結果を図4に示す。曝露時間0minでは水酸化皮膜特有の形状が観察された(図4(a))のに対して、曝露時間10minでは角の取れた形状であった(図4(b))。表1にAFMにより熱水処理Alの平均表面粗さRaを求めた結果を示す。曝露時間0minのRaは30nmであり、曝露時間の経過と共にRaは減少し、90minでは21nmであった。

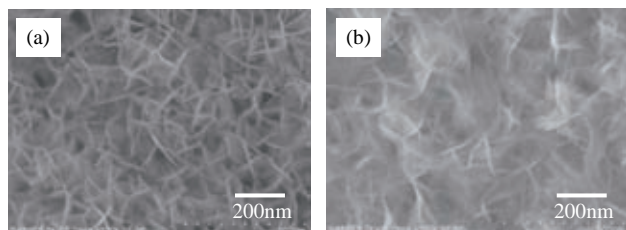


図4. FE-SEMで観察した熱水処理Alの表面写真

(a)曝露時間0min, (b)曝露時間10min

表1. AFMで測定した熱水処理Alの平均表面粗さRa

曝露時間 (min)	0	10	90
平均表面粗さ Ra (nm)	30	27	21

4. 考察

未処理Alおよび熱水処理Alに過熱蒸気処理をすることにより、表面のコンタミ由来の炭素濃度が低減し、表面粗さはナノメートルオーダーで減少した。これらの変化について、過熱蒸気が表面に及ぼす影響を熱の伝達と共に考察する。

伊與田ら⁽⁷⁾によると、過熱蒸気乾燥に用いられる150~350°Cの範囲では、対流熱、放射熱および凝縮熱が表面に与えられるとある。

はじめに室温の試料表面に吸着した過熱蒸気は凝集により水となる。次に本研究での過熱蒸気温度は270°Cであることから、上記の3つの熱が与えられ、凝集した水は再び過熱蒸気中に蒸発すると考えられる。この凝集から蒸発へ移行する際に、表面の炭素濃度の低減や表面形状の変化の効果が生じていると推察される。

5. まとめ

本研究では未処理Alおよび熱水処理Alに対して過熱蒸気処理が表面に及ぼす影響を検討し、以下の結論を得た。

- (1) XPS測定から未処理Alおよび熱水処理Alの表面炭素濃度が低減することが確認できた。その効果は曝露時間10minで一定となった。
- (2) XPS深さ方向分析から、過熱蒸気を曝露することにより未処理Alの炭素分布層が薄くなることを確認した。
- (3) FE-SEM観察およびAFM測定から、表面形態が変化し、平均粗さが減少することが確認できた。
- (4) 過熱蒸気処理を実際に適用する際には、試料ごとに最適条件を検討する必要がある。

謝辞

過熱蒸気処理に関して多大なご協力とご助言を頂きました株式会社三愛商会環境部奈良春夫様および水島信男博士に感謝いたします。

(平成22年6月30日受付, 平成22年8月20日再受付)

文 献

- (1) 鈴木寛一他:「過熱水蒸気技術集成」, NTS, p.3(2005)
- (2) 野田清治, 中井隆文, 片岡辰雄, 美濃秀志:「過熱水蒸気を用いたガラス基板端面洗浄技術」, 島田理化技法, No.20, pp.37-42(2008)
- (3) 青山康司, 重田有仁, 渡部緑, 渡邊弥生, 岡崎尚:「過熱水蒸気による食材・食品の殺菌」, 広島食工技研報, No.25, pp.29-32(2009)
- (4) 上原剛, 市田雪子, 岩井健:「過熱蒸気を用いた野菜蒸煮処理」, 宮崎県工業技術センター・宮崎県食品開発センター研究報告, No.46, pp.139-141(2001)
- (5) 牧田隆, 荒井和浩:「有機系放射性廃棄物の減容・安定化処理技術の開発」, 石川島播磨技法, Vol.43, No.4, pp.134-137(2003)
- (6) 軽金属製品協会編:「アルミニウム表面処理ハンドブック」, 軽金属出版, p380(1974)
- (7) 伊與田浩志, 西村伸也, 野邑奉弘:「過熱水蒸気乾燥における凝縮から蒸発への反転過程」, 日本機械学会論文集B, Vol.66, No.650, pp.169-176(2000)