

第1章

はじめに

昇温脱離分析法とは、古くは触媒分野で酸点・塩基点を評価するために使用されてきた方法です。一旦、触媒の温度を高温まで上昇させ吸着しているガスを除去し、その後 NH_3 や CO_2 を吸着させます。その触媒を、再度プログラミングした条件で昇温させることで NH_3 や CO_2 を再脱離させ、その脱離量から酸点・塩基点を評価します。ところで、吸着再脱離の過程を経なくとも、試料を昇温するだけで有用な情報を与える場合が多々あります。元々試料に吸着していた物質・試料に溶け込んでいた物質の評価などで、試料を昇温することにより物質をガス成分として追い出して分析する方法です。ところが、これらの物質は微量な上、成分を分離して測定する必要があります(触媒の場合は量が多く、 NH_3 か CO_2 のみを測定する)。そのため、この種の昇温脱離分析装置の検出器には、ほとんど質量分析装置が用いられます。

極微量用の昇温脱離分析装置には2種類あります。ひとつは、高純度のキャリアガス中で昇温脱離実験を行い、脱離成分を濃縮後、キャリアガス共々質量分析装置に導く装置です。もうひとつは、真空中に置いた試料を加熱し、脱離成分を同じ真空系に配置した質量分析装置で測定する装置です。どちらの装置も、特長を備えており、実験の目的によって使い分けることが必要です。

電子科学株式会社では、真空タイプの昇温脱離分析装置を市販しており、様々な分野でご利用頂いています。装置開発以来、半導体分野において材料評価やプロセス設計支援に使われています。最近になって、各種薄膜(撥水、光学、対摩耗、光触媒)、構造材料(ガラスファイバ、真空部品、セラミックス)、吸蔵材料(水素吸蔵)など、ほとんどの開発分野で利用されはじめました。

このように装置の利用範囲が広がるとともに、お客様から昇温脱離法の原理面についてのお問い合わせを頂くようになりました。それにお応えすべく、本資料をまとめることに致しました。本資料の基本となっているのは、化学反応速度式、拡散方程式(フィックの法則)、アレニウスの式です。

記号表

記号	数値	表示単位	意味	備考
a_j, b_j	-	-	フーリエ係数	
a, b	-	-	添え字	
c, c'	-	-	積分定数	
i, j, l, m	-	-	整数変数	
K, L, M	-	-	係数	
X, Y, Z	-	-	代替変数	
A	-	m^2	面積	
C	-	molecs./ m^3	濃度	
d	-	m	厚さ	
D	-	m^2/sec	拡散係数	
D_0	-	m^2/sec	振動項	
E	-	J	活性化エネルギー	
E_a, E_s	-	J	拡散、溶解の活性化エネルギー	
J	-	molecs./ m^2sec	拡散速度	
k	1.38E-23	J/K	ボルツマン定数	8.62E-5[eV/K]
N	-	mol	分子の数	
P	-	Pa	圧力	
q	-	molecs./sec	脱離速度	
R	8.31E+00	J/molK	気体定数	
S	-	m^3/sec	排気速度	
t	-	sec	時間	SI 単位=s
T, T_0	-	K	絶対温度、昇温開始温度	
V	-	m^3	容積	
x	-	m	距離、長さ	
α	-	無次元	反応率	
β	-	K/sec	昇温速度	
ν	-	?	反応速度定数	単位は反応次数によって変化
ν_0	-	?	頻度因子	単位は反応次数によって変化
v	-	molecs./sec	反応速度	
σ, σ_0	-	molecs.	脱離成分の数、初期分子の数	
Θ	-	sec	換算時間	
p	-	-	Doyle の p 関数	
g	-	-	α の積分関数	
G	-	-	σ の積分関数	
ψ	-	-	Doyle の p 関数中の級数	
Φ	-	-	σ から α を求める関数	
Ψ	-	-	Θ から α を求める関数	