

粉碎処理をした Y-EDTA 金属錯体原料からの Y_2O_3 膜の合成

Synthesis of Y_2O_3 films from Y-EDTA complexes prepared by various milling techniques

長岡技科大¹, 中部キレスト²

○小松啓志^{1(PC)}, 関矢徹雄¹, 外山歩¹, 中村淳^{1,2}, 大塩茂夫¹, 戸田育民¹, 村松寛之¹, 齋藤秀俊¹

Nagaoka Univ. Tech.¹, Chubu Chelest Co., Ltd.²

○K. Komatsu^{1(PC)}, T. Sekiya¹, A. Toyama¹, A. Nakamura^{1,2}, S. Ohshio¹, I. Toda¹, H. Muramatsu¹ and H. Saitoh¹

E-mail : hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】原料粉末の粒径の制御は、溶射法において、所望の膜の機械・電気特性を得るために重要である^{1,2)}。一方、我々が提案する酸化物フレームデポジション法は、長径が 50 μm 、短径が 20 μm 程度のアスペクト比がある金属イオンを担持した金属-エチレンジアミン四酢酸(EDTA)錯体粉末を H_2-O_2 燃焼炎中に導入し、金属 EDTA 錯体の分解・酸化プロセスより金属酸化物膜の高速堆積ができる³⁾。金属 EDTA 錯体原料の粒径を制御すると、本手法においても同様の効果が期待できる。本研究では、異なる粉碎技術を用いて粒径と粒度分布が異なる Y-EDTA 錯体粉末を数種類準備し、得られる金属酸化物膜の評価と比較・検討を行った。

【実験方法】Y-EDTA・H 錯体原料(中部キレスト製)を出発原料とした。Y-EDTA・H 錯体原料に対して、①②家庭用ミル器(粉碎時間：30, 60s), ③④乳鉢粉碎(乾式と湿式), ⑤ボールミルや⑥ハンマーミル, これら①-⑥の粉碎処理をそれぞれ行った。比較材料として、未粉碎の原料も準備した。これら計 7 種類の原料, それぞれを粉体供給装置(5MPE: Sulzer Metco)に挿入し, N_2 をキャリアガスとしてスプレーガン(6P-II :Sulzer Metco)へ搬送, H_2-O_2 混合フレーム中に導入, プラスト処理した SUS304 基板上に同実験条件下で金属酸化物膜を堆積させた。各 EDTA 原料の粒度分布を粒度分析計 (MT-3300 : 日機装), 作製した金属酸化物膜の結晶構造を X 線回折(XRD)(Ultima IV : Rigaku)を用いて評価した。各試料の形態観察を走査型電子顕微鏡(SEM), 元素分布をエネルギー分散型 X 線分析(EDX)装置により調査した。SEM 像の固相膜厚と分布を解析ソフト(image J)で調査, 膜中の 2 次元気孔率を算出した。

【結果と考察】乳鉢粉碎(湿式)とボールミル処理した Y-EDTA 錯体を用いた場合, 粉体供給装置内で原料が流動せず, 製膜できなかった。一方, その他の粉碎法と未粉碎の原料の場合, SUS 基板上に白色の堆積物を確認した。得られた白色の堆積物は, Y_2O_3 結晶(ICDD card no. 01-089-5592)に帰属できた。図 1 に(a)未粉碎原料と(b)ハンマーミル粉碎した原料をそれぞれ用いて, 作製した Y_2O_3 膜の断面 2 次元マッピング像を示す。SUS 基板上に Y 原子のカウントを確認した。画像解析の結果, ハンマーミル粉碎原料由来の Y_2O_3 膜は, 未粉碎原料由来の Y_2O_3 膜と比較して, 平均膜厚が 8.0 μm から 9.6 μm と増加し, 膜中の 2 次元気孔率が 31% から 22% に減少した。他の粉碎法により得た Y_2O_3 膜の膜厚と 2 次元気孔率との比較・検討結果は, 当日, 詳細に報告する。

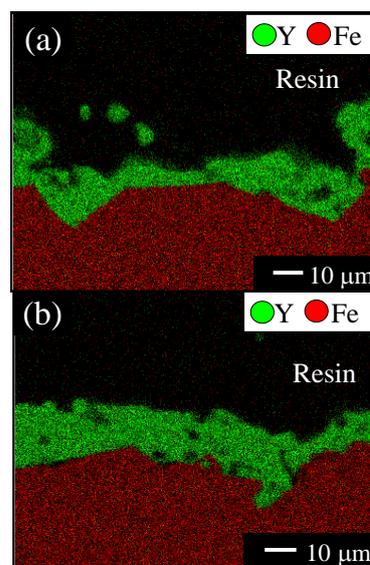


図 1. 各粉碎法により粉碎した Y-EDTA:H 原料から作製した SUS 基板上の膜の断面マッピング像, (a)未粉碎原料および(b)ハンマーミル粉碎した原料。

1)J. Trpcevska et al, Powder Metall. Prog., 9 (2009) 42-48. 2)P. Chivavibul et al, J. Therm. Spray Tech., 19 (2010) 81-88. 3)第 73 回応用物理学会学術講演会 11a-C8-3 (2012) 等