

フレイムデポジション法により 合成した酸化エルビウム膜の堆積速度と気孔率

Deposition rate and porosity of erbia films synthesized by flame deposition method

長岡技科大¹, 中部キレスト²

○白井 友之¹, 中村 淳^{1,2}, 大塩 茂夫¹, 戸田 育民¹, 小松啓志¹, 齋藤 秀俊¹

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

○T. Shirai¹, A. Nakamura^{1,2}, S. Ohshio¹, I. Toda¹, K. Komatsu¹, H. Saitoh¹

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】溶射技術で作製される遮熱コーティングでは,一般に200~300 μm 程度の膜厚が必要である¹⁾.前回の報告で吐出量5 g/minのEDTA・Er・Hを出発原料とし,原料供給ガスを O_2 にすることで膜厚19.6 μm ,2次元気孔率3.0 %程度の Er_2O_3 膜が得られることを報告した²⁾.つまり,本実験で得られた膜と比較すると1/10程度であるためプロセスの高速化もしくは高効率化が必要である.そこで,今回は単位時間あたりのEDTA・Er・H原料の吐出量を増加させ,短時間で同程度の Er_2O_3 膜の作製を期待し,原料の吐出量を変更し, Er_2O_3 膜特性に与える影響を調査した.

【実験方法】原料として EDTA に Er^{3+} を担持させた EDTA・Er・H を用いた.原料を粉体供給装置(5MPE: Sulzer Metco)に投入し, O_2 をキャリアガスとしてスプレーガン(6P-II: Sulzer Metco)へ搬送し, H_2 - O_2 炎中に導入した.その後,スプレーガンから 150 mm 離れた SUS304 基板上に堆積させた.堆積の際,吐出量を 5-20 g/min と変化させて堆積した.作製した各サンプルの評価として表面及び断面の微細構造を走査型電子顕微鏡(SEM),断面方向の元素分布を SEM に搭載されたエネルギー分散型 X 線分析(EDX)装置を用いて調査した.また,結晶構造は X 線回折(XRD)装置を用いてそれぞれ評価した.また,画像解析ソフト Smile View および Image J を用いて得られた堆積物の膜厚および 2 次元気孔率を算出した.

【結果と考察】すべてのキャリアガス種で SUS304 基板上にピンク色の堆積物が確認された.得られた堆積物は立方晶系 Er_2O_3 (ICDD card00-008-0050,01-077-6226)と単斜晶系 Er_2O_3 (ICDD card 01-077-6226)を含有していた. Figure 1 に各条件で作製したサンプルの断面 SEM 像を示す.吐出量 10 g/min の時,堆積速度 7.3 $\mu\text{m}/\text{sec}$,2次元気孔率 8.3 %,また,吐出量 20 g/min の時,堆積速度 5.7 $\mu\text{m}/\text{sec}$,2次元気孔率 17.3 %の Er_2O_3 膜がそれぞれ堆積された. Figure 2 に吐出量の変化による Er_2O_3 膜厚および気孔率の関係を示す. Er_2O_3 膜厚は原料の吐出量に対して増減したが,得られた Er_2O_3 膜中の2次元気孔率に関しては原料の吐出量は増加と共に増加する傾向が得られた.従って,吐出量の増加による影響として厚膜化はできるものの緻密性が低下することがわかった.

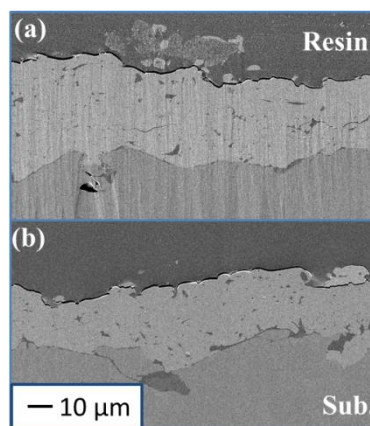


Fig.1. 各条件で作製したエルビア膜の断面 SEM 像,(a)10 g/min (b) 20 g/min

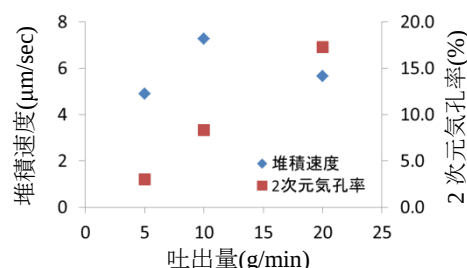


Fig.2. 吐出量の変化による Er_2O_3 堆積速度および 2 次元気孔率の関係

1) Tabbetha A. Dobbins et al. ASM International JTTEE5 12:214-225 Submitted 6 August 2001
2) 2013 年秋季 第 74 回応用物理学会学術講演会 19p-C7-10 (2013).