

キレートフレイム法で合成した Y_2O_3 膜と Er_2O_3 膜の断面観察
Cross-sectional observation of Y_2O_3 and Er_2O_3 films deposited by chelate
flame method

淡焱鑫¹, 中村淳^{1,2}, 小松啓志¹, 齋藤秀俊¹
(1.長岡技科学大, 2.中部キレスト)

°Yanxin Dan¹, Atsushi Nakamura^{1,2}, Keiji Komatsu¹, Hidetoshi Saitoh¹
(¹Nagaoka Univ. Tech., ²Chubu Chelest)
E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】キレートフレイム法とは、エチレンジアミン四酢酸(EDTA: Ethylen Diamine Tetraacetic Acid)に Y と Er を担持させた金属錯体を出発原料とし、フレイム溶射装置を用いて、フレイム中での熱分解・酸化反応及び溶融粒子の急速急冷のプロセスによって、基板上に酸化物膜の合成を行う手法である¹⁾²⁾。本研究では、本法により Y_2O_3 膜と Er_2O_3 膜を作製し、それぞれの膜の断面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察し、膜に発生する縦方向の亀裂を観察する。

【実験方法】イットリウムとエルビウムを担持した EDTA 金属錯体、EDTA・Y・H と EDTA・Er・H の 2 種類の原料粉末を原料粉末供給装置(5MPE: Sulzer Metco 社製)に投入し、フレイムを発生させて SUS304 基板上に堆積物を得た。酸素をキャリアガスとしてスプレーガン(6P-II: Sulzer Metco)へ搬送し、燃焼ガスに水素と酸素を選択し、スプレーガンから SUS 基板までの距離を 150mm とした。フレイムが試料を 1 回通過することを 1 scan と定義し、両方とも 4 scan で堆積を行った。作製した各サンプルの表面及び断面の微細構造を SEM 法で、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。堆積物の結晶構造は X 線回折(XRD)装置を用いて評価した。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と 2 次元気孔率、堆積物中の亀裂数、亀裂長さ、単位面積毎の亀裂数を算出した。

【結果・考察】XRD 法による分析により、堆積物は立方晶系の Y_2O_3 と Er_2O_3 結晶であると同定できた。Figure 1 に(a) Y_2O_3 膜、(b) Er_2O_3 膜の断面 SEM 像を示す。それぞれの像にて、亀裂が多数確認された。 Y_2O_3 と Er_2O_3 膜の SEM 像解析の結果を Table 1 に示す。各試料の結果を比較すると、膜厚はほぼ同じであり、膜中の亀裂数、亀裂長さ、単位面積毎の亀裂数は全て Y_2O_3 膜の方が多かった。

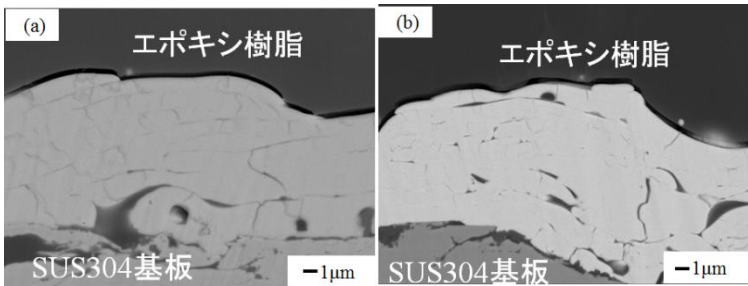


Fig. 1. 断面 SEM 像(a) Y_2O_3 膜、(b) Er_2O_3 膜

Table 1 各試料の微細構造中の亀裂評価の結果

Sample	膜厚 [μm]	亀裂数 [個]	平均亀裂 長さ[μm]	単位面積毎の 亀裂数×10 ⁻⁵ [個/μm ²]
Y_2O_3	11.88	32	1.311	5.20
Er_2O_3	11.22	20	1.148	3.13

1)白井ら、第 75 回応用物理学会学術講演会, 17p-A11-5(2014).
1)白井ら、第 75 回応用物理学会学術講演会, 17p-A11-6(2014).