

EDTA 金属錯体溶液を用いたキレートフレイム法による Gd 添加 CeO₂ 粒子の合成

Synthesis of Gadolinium-Doped Ceria Particles Using Metal-EDTA Complex Solution by Chelate Flame Method

長岡技科大¹, 中部キレスト²

○中村 祥太¹, 中村 淳^{2,1}, 小松 啓志¹, 齋藤 秀俊¹,

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

○ S. Nakamura¹, A. Nakamura^{2,1}, K. Komatsu¹, H. Saitoh¹

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】近年、ナノメートルオーダーの粒子を堆積させるコーティング技術として、プラズマ溶射の出発原料に懸濁液や溶液を用いるサスペンションプラズマ溶射が期待されている¹⁾。我々は、キレートフレイム法を用いて、Ce-EDTA と Gd-EDTA の混合粉体を出発原料とし、SUS430 基材上に Gd 添加 CeO₂(GDC)粒子が得られることを報告した²⁾。作製した GDC 粒子を積層させることで、5 μm 以上の GDC 膜の合成が可能である。一方、(Ce,Gd)-EDTA 金属錯体の水溶液を用いて、塗布法と大気焼成を組み合わせた方法で膜厚数百 nm の GDC 薄膜の合成を報告している³⁾。そこで、キレートフレイム法の出発原料に(Ce,Gd)-EDTA 金属錯体の水溶液を用いて GDC 粒子を合成し、積層した試料の評価を行った。

【実験方法】Ce と Gd をそれぞれキレートした EDTA 金属錯体、すなわち Ce-EDTA と Gd-EDTA を金属組成比率で[Ce]:[Gd]=8:2、EDTA 金属錯体の濃度が 15 wt.%の水溶液を調製し、原料溶液とした。Figure 1 に本実験の概念図を示す。噴霧装置を用いて原料溶液を噴霧し、スプレーガン(6P-II: Sulzer Metco)で発生させた酸水素炎中に導入し、SUS430 基板(20 × 50 × 3 mm³)上に GDC 粒子を堆積させた。この時のスプレーガンと基板の距離を 200 mm、原料溶液の供給量を 10 ml/min、噴霧溶液の平均粒径を 20 μm、スキャン回数を 12,24,36 回と変化させた。作製した試料の結晶構造を X 線回折(XRD)法、表面及び断面の形態観察を走査型電子顕微鏡(SEM)法、表面及び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。

【結果と考察】すべての条件で SUS430 基板上に白色の堆積物が確認された。XRD 法より、作製した試料の堆積物は (Ce_{0.8}Gd_{0.2})O_{1.9} (ICDD card 01-080-5537) を含有していることが分かった。Figure 2 にスキャン回数 12 回で作製した試料の表面の SEM 像(a)と EDX 2 次元元素マッピング像(b)をそれぞれ示す。(a)では、基板上に数 nm から数十 μm の球状粒子を多数確認した。(b)では、Ce と Gd の各元素が同じ堆積物から確認された。これらの結果から、キレートフレイム法の出発原料に(Ce,Gd)-EDTA 金属錯体の水溶液を用いることで数 nm から数十 μm の GDC 粒子の合成が可能であると考えられる。

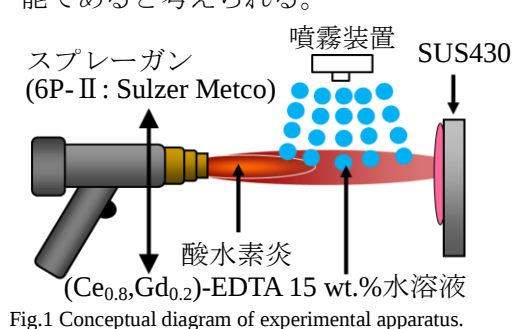


Fig.1 Conceptual diagram of experimental apparatus.

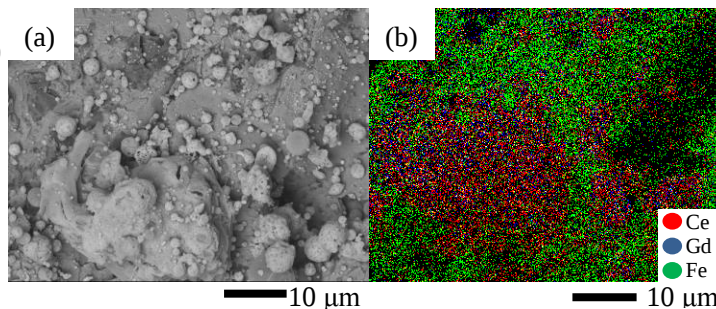


Fig.2 GDC particles synthesized on SUS430 substrate. (a) Surface SEM image (b) Corresponding EDX elemental mapping images for (a).

1) S.-L. Zhang et al. *Journal of Power Sources* 327 (2016) 622-628.

2) 第 77 回応用物理学会学術講演会 14a-A37-10 (2016).

3) 第 77 回応用物理学会学術講演会 13p-D62-12(2016).