

EDTA 金属錯体溶液の噴霧流量変化による Gd 添加 CeO₂ 粒子形態への影響

Effect of Metal-EDTA Solution Spraying Flow Rate on Morphology of Gd-doped CeO₂ Particles

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】我々は、キレートフレーム法を用いて、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¹⁾。作製した GDC 粒子を積層させることで、ミクロンオーダーの気孔を含む GDC 膜の合成が可能である。キレートフレーム法では、原料供給量を変えることで合成する膜の膜厚や気孔率が変化することを報告した²⁾。一方、キレートフレーム法の出発原料に(Ce,Gd)-EDTA 金属錯体の水溶液を用いて GDC 粒子を合成する方法では、基板上に数 nm から数十 μm の粒子が堆積していた。そこで、本報では、キレートフレーム法の出発原料に EDTA 金属錯体溶液を用いて GDC 粒子を合成し、噴霧する原料溶液の供給量による GDC 粒子形態への影響を調査した。

【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。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。この時のスキャン回数を 2 回、スプレーガンと基板の距離を 300 mm、噴霧した原料溶液の供給量を 10、450 ml/min 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】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 1 に噴霧した原料溶液の供給量 450 ml/min で作製した試料の表面と断面の SEM 像(a),(c)とそれらに対応する EDX 2 次元元素マッピング像(b),(d)をそれぞれ示す。(a)では、堆積物中に多数の亀裂と気孔を確認した。(c)では、亀裂と気孔を多く含んだ膜を確認し、平均膜厚(SD)が 55.6(20.2) μm であった。(b),(d)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、キレートフレーム法の出発原料に EDTA 金属錯体の水溶液を用いた方法では、噴霧する原料溶液の供給量を増加させることで多孔質な膜を合成できると考えられる。

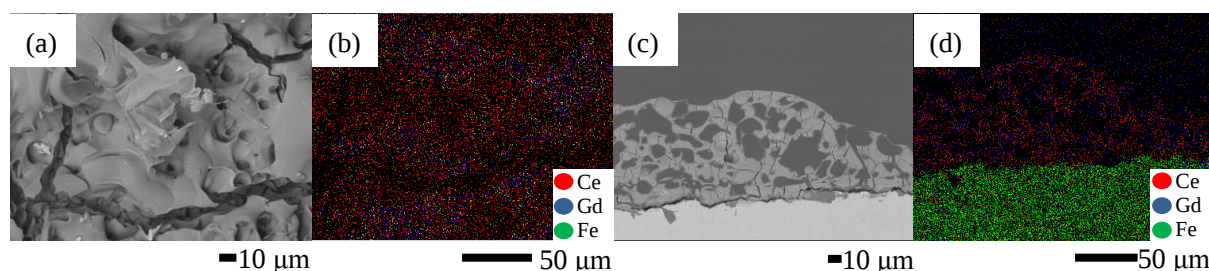


Fig.1 GDC film synthesized on SUS430 substrate. (a) Surface SEM image, (b) Corresponding EDX elemental mapping image for (a) (c) Cross-sectional SEM image, (d) Corresponding EDX elemental mapping image for (c).

- 1) 第 77 回応用物理学会学術講演会 14a-A37-10 (2016).
- 2) 第 75 回応用物理学会学術講演会 17p-A11-6 (2014).