

キレートフレイム法を用いた ZrO_2 膜の緻密化Deposition of Dense ZrO_2 Films by Chelate Flame Method池田 裕¹, 中村 淳^{1,2}, 小松 啓志¹, 齋藤 秀俊¹

(1.長岡技科大, 2.中部キレスト)

Yutaka Ikeda¹, Atsushi Nakamura^{1,2}, Keiji Komatsu¹, Hidetoshi Saitoh¹

(1.Nagaoka Univ. Tech., 2.Chubu Chelest Co., Ltd.)E-mail : hts@nagaokaut.ac.jp

[緒言]キレートフレイム法は、フレイム溶射装置に金属をキレートしたエチレンジアミン四酢酸(EDTA)錯体原料を用いて金属酸化物膜を合成する方法である。フレイム中に EDTA などの有機金属錯体の原料を噴射し、熔融酸化物粒子を得て、それを基板上に堆積して酸化物膜を得る¹⁾²⁾。最近では遮熱コーティング(TBC)材料への応用を目指した、Zr をキレートした EDTA 原料を用いた ZrO_2 膜の材料設計を行っている³⁾。材料設計の指針は、高効率に有機金属錯体を分解・酸化させ、緻密な ZrO_2 厚膜を基板上に堆積させることである。そこで今回は、キレートフレイム法を用いた、より効率的な ZrO_2 膜の材料設計を探索するためにスプレーガンこれまで使用していた 6P-II (Sulzer Metco 社製) から TD-2000(Eutectic 社製)に変更し、緻密な ZrO_2 膜の作製を試みた。

[実験方法]原料には Zr^{4+} をキレートした Zr-EDTA(中部キレスト製)の粉末を用いた。基板には SUS304 板を使用した。スプレーガンには TD-2000(Eutectic 社製)を使用し、キレートフレイム法で ZrO_2 膜を合成した。スプレーガンと基板の距離は 100-150 mm を選択した。フレイムには水酸素炎を使用した。燃料ガスとして水素ガスを 25.0 l/min、酸素ガスを 42.0 l/min の流量でスプレーガンに導入した。スプレーガンの冷却には 43 psi の冷却空気を導入した。製膜の際、原料吐出量を 27.6 g/min で一定にした。結晶構造は X 線回折(XRD)法を用いて調査した。表面及び断面の微細構造は走査型電子顕微鏡(FE-SEM)法を用い、元素分布はエネルギー分散型 X 線分析(EDX)法を用いて調査した。得られた SEM 像から、画像解析ソフト Smile View、ImageJ を用いて ZrO_2 膜の平均膜厚、断面方向の 2 次元気孔率、表面被覆率を算出した。膜中の有機物の残存はフーリエ変換赤外分光(FT-IR)法を用いて評価した。

[結果・考察] SUS304 基板上に白色の堆積物が確認された。XRD の結果から単斜晶系 ZrO_2 (ICDD card No.01-089-9066)の回折線を確認した。確認されたミラー指数は(011),($\bar{1}11$),(020),(200)であった。SEM 観察から、多孔質な ZrO_2 粒子の堆積を確認した。Table 1 に算出された ZrO_2 膜の平均膜厚、2 次元気孔率、表面被覆率を示す。スプレーガンと基板の距離が近くなると共に、 ZrO_2 膜の平均膜厚と表面被覆率は増加した。加えて、FT-IR の結果から、原料有機成分は確認されなかった。以上より、TD-2000 を用いた緻密な ZrO_2 厚膜を基板上に堆積させるために最適なスプレーガンと基板の距離は 100 mm とわかった。加えて、前回の報告より 6P-II スプレーガンを用いた場合は、最適なスプレーガンと基板の距離は 110 mm だった。キレートフレイム法を用いた緻密な膜の材料設計にはスプレーガンと基板の距離の設定が重要であると考えられる。

Table 1. Thickness, porosity and coverage of ZrO_2 films at various substrate-spray gun distance.

Distance (mm)	Thickness (μm)	Porosity (%)	Coverage (%)
100	12.9	45	83
110	9.0	43	83
150	5.1	52	68

参考文献

- 1)白井 他, 第 74 回応用物理学会学術講演会, 19p-C7-10 (2013).
- 2)白井 他, 第 75 回応用物理学会学術講演会, 17p-A11-5 (2014).
- 3)池田 他, 第 77 回応用物理学会学術講演会, 13p-D62-14 (2016).