EDTA 金属錯体溶液を出発原料とした強熱プロセスによる銅コーティング

Copper coating using metal-EDTA complex solution with strong heat process of H_2-O_2 flame

○工藤 拓也[1]、中村 淳[2,1]、小松 啓志[1]、齋藤 秀俊[1] (1.長岡技科大,2.中部キレスト)

○**Takuya Kudo[1], Atsushi Nakamura[2,1], Keiji Komatsu[1], Hidetoshi Saitoh[1]**

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

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】電力機器においては、優れた電気特性を有する銅が通電部分に用いられている [1]。軽量なアルミニウムと高導電率の銅を組み合わせることで、電力機器の小型化・軽量化が可能となる。我々は金属イオンをキレートしたエチレンジアミン四酢酸(EDTA)金属錯体溶液をモルタル上に塗布し、酸水素炎により塗布面を強熱することで酸化物蛍光体を合成した [2]。得られた酸化物蛍光体は、Eu^{2+}を発光中心とする蛍光を有することから、酸水素炎による強熱により Eu の還元(Eu^{3+}から Eu^{2+})が生じたと考察した [3]。これらの結果から、EDTA がキレートできる金属種の中でイオン化傾向が低い金属種であれば、水酸素炎による金属膜の合成ができるのでないかと考えた。金属膜作製のモデルとして、Cu^{2+}イオンをキレートした EDTA 金属錯体水溶液を選択し、Cu-EDTA 金属錯体水溶液を数種類の基材(単結晶 Si、アルミ合金、SUS、多結晶アルミナ、モルタル)に塗布し、酸水素炎による強熱プロセスを用いて銅膜の合成を試みた。

【実験方法】塗布原料には Cu^{2+}をキレートした EDTA 金属錯体、EDTA・Cu・$(NH_4)_2$ 40 wt%水溶液(中部キレスト製)に、界面活性剤(オルフィン EXP.4300)を 0.1 wt%となるように添加したものを使用した。各基板に原料を塗布し、大気雰囲気下で 65 ℃で 20 分乾燥させた。塗布量は単位面積あたり 0.04 g/cm^2 とした。次にスプレーガン(6P-Ⅱ: Sulzer Metco)を用いて酸素流量 43.0 L/min、水素流量 32.5 L/min の酸水素炎により基板の塗布面を強熱した。スプレーガンと基板との距離を 180 mm に設定し、横方向に走査速度 50 mm/s で 1 回走査してサンプルを作製した。基板は A5052、SUS304、モルタル、Si(単結晶)、多結晶 Al_2O_3 基板を用いた。A5052 と SUS304 基板は塗布前にブラスト処理を行った。作製したサンプルの結晶構造を X 線回折 (XRD)法、膜の構造解析を走査型電子顕微鏡(SEM)法、元素分布をエネルギー分散型 X 線分析（EDX）法でそれぞれ調査した。

【結果と考察】各基板に原料を塗布・強熱後、表面が赤褐色に変化した。サンプルの外観の基板種による差異は見られなかった。Figure 1 に塗布・強熱で作製したサンプルの XRD プロファイルを示す。各サンプルの XRD プロファイルから、Cu (ICDD card 00-004-0836) に帰属できるピークが確認され、CuO など酸化銅のピークは確認されなかった。Si 基板上に原料を塗布・強熱したサンプルの断面 SEM より、Si(単結晶)基板表面に金属錯体水溶液由来と思われる約 30 μm 膜が観察され、EDX より Cu の元素カウントが検出された。以上のことから、EDTA・Cu・$(NH_4)_2$ 水溶液を塗布・強熱によって銅を合成できたと考えられる。

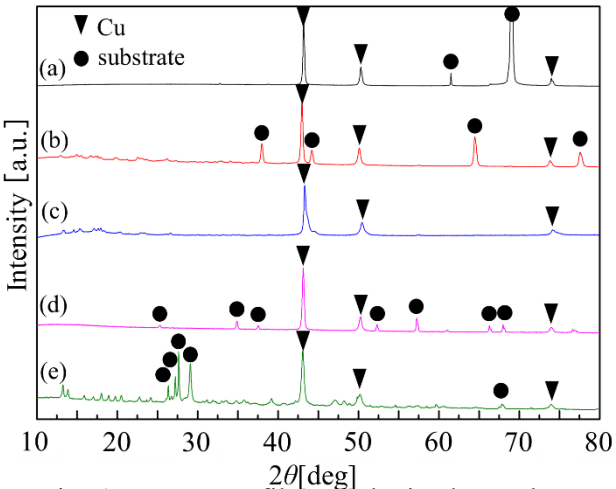

Fig .1. XRD profiles of obtained samples on various substrates, (a) single crystalline Si, (b) A5052, (c) SUS304 (d) Al_2O_3, and (d) mortar.

1)F. Touyeras et al, Ultrasonics Sonochemistry 8 (2001) 285-290
2)木村ら，公益社団法人日本セラミックス協会　2018 年年会　1M25
3)S.Tanaka et al, J Lumine. 87-89 (2000) 1250-1253

© 2019年 応用物理学会