

アセチルアセトナート錯体を原料とした酸化物フレイムコーティング法による Y₂O₃ 膜の合成

Synthesis of Y₂O₃ films by oxide flame coating method with acetylacetonate complex

郭 振宇¹, 土生 陽一郎², 竹内 純一², 小松 啓志¹, 齋藤 秀俊¹

(1.長岡技科大, 2.トーカロ株式会社)

Zhenyu Guo¹, Yoichiro Habu², Jun-ichi Takeuchi², Keiji Komatsu¹, Hidetoshi Saitoh¹

(Nagaoka Univ. Tech.¹, TOCALO Co., Ltd.²)

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: Ethylene Diamine Tetraacetic Acid)をフレイム中で熱分解・酸化反応させて溶融酸化物粒子を得て、その溶融粒子の基板への衝突、急速急冷過程を経て、基板上に酸化物膜の合成を行う手法である¹⁾。イットリウム(III)イオンを担持したエチレンジアミン四酢酸(EDTA)粉末を水素素フレイム中に投入し、熱分解・酸化させることで微粒子 Y₂O₃ 膜の高速作製が可能である。大気開放型化学気相析出(CVD)法では金属イオンを担持したアセチルアセトナート(acetylacetonate: acac)錯体やβ-ジケトン錯体(例えば Y(DPM)₃)などが使用され、気化させた Y-(DPM)₃原料とキャリアガスの混合ガスを、大気開放下で加熱した基材に吹き付けて基材上に Y₂O₃ 膜の作製ができる²⁾。堆積速度は数 nm/s である。本研究では、イットリウムイオンを担持した Y-(acac)₃錯体を原料とした新しい酸化物フレイムコーティング法による Y₂O₃ 膜の高速堆積に挑戦する。

【実験方法】Y-(acac)₃原料粉末を原料粉末供給装置(5MPE: Oerlikon Metco 社製)に投入し、窒素をキャリアガスとしてスプレーガン(6P-II: Oerlikon Metco)へ搬送し、Si 基板(25×25×0.5 mm³)上に堆積物を得た。燃焼ガスに水素と酸素を選択し、スプレーガンから Si 基板までの距離を 130 mm とした。原料供給量を 5 g/min を設定した。フレイムが試料を 1 回通過することを 1 スキャンと定義し、基板上に 6、12、20、30 スキャンでそれぞれ堆積させた。スプレーガンの移動速度は 50 mm/s で、1 スキャンの製膜時間は 0.5 s である。堆積物の結晶構造は X 線回折(XRD)法を用いて評価した。作製した各試料の表面及び断面の微細構造を走査型電子顕微鏡(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)法を用いて調査した。また、画像解析ソフト Smile View を用いて、得られた堆積物の平均膜厚を計算した。計算した平均膜厚から、堆積速度を算出した。

【結果・考察】すべての実験条件で Si 基板上に白色の堆積物が確認された。XRD 分析法により、堆積物は立方晶系の Y₂O₃ 結晶(ICDD card:01-074-1828)であると同定できた。Figure 1 に作製したサンプルの断面 SEM 像を示す。基板上に緻密な膜を確認できた。作製したサンプルの平均膜厚を Figure 2 に示す。スキャン回数 6、12、18、30 の平均膜厚はそれぞれ 2.0、3.2、10.4、12.1 μm であった。堆積速度を算出したところ堆積速度は 0.5-1.1 μm/s だった。以上の結果から、酸化物フレイムコーティング法により Si 基板上に Y₂O₃ 膜を高速堆積できたと考えられる。

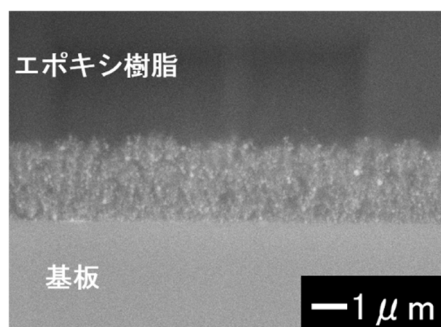


Fig.1. Si 基板上の Y₂O₃ 膜の断面 SEM 像(6 スキャン).

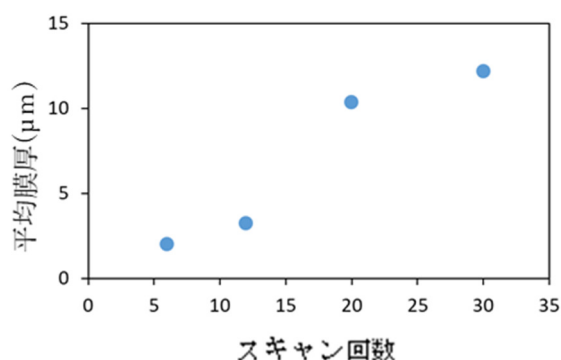


Fig.2. Y₂O₃ 膜の平均膜厚.

1) K. Komatsu et al, Journal of Thermal Spray Technology 23(5):833-838 (2014).

2) S. Tokita et al, Preprints of Fall Meeting of The Ceramic Society of Japan 2004S 270 (2004).