

## 液相溶射装置の開発とその応用

(株) 倉本鉄工所 ○倉本 登 北見工業大学 二俣正美 中西喜美雄  
(社) 北見工業技術センター 有田敏彦

### 要 旨

本研究は、イオン・コロイド・ゾル状の金属溶液を用いる液相溶射法と命名した新しい薄膜作製技術の開発に関するもので、平成9年度から北見工業大学と当社(株)倉本鉄工所との間で「民間等との共同研究」として取り組み、その成果を基に平成11年度からは中小企業総合事業団の助成を受けて実施しているものである。ここでは液相溶射装置の開発の経過・現状とその応用例について紹介する。

### 1. 産学連携の経過

表面皮膜形成法の1つである溶射は完全なドライプロセスで成膜速度が大きいと言う特徴がある反面、緻密で滑らかなミクロンオーダーの皮膜は作製できない。北見工大材料加工学研究室では、溶射法の特徴を生かしつつ課題を解決する方法として、液相溶射法と称する新しい技術開発に取り組みでいたが平成9年、当社はその装置の心臓部とも言うべきプラズマジェットトーチの改良について相談を受けた。当社は35年以上前から溶射加工を行っていた関係上、新技術の重要性を認識し、同年からいわゆる「民間等との共同研究」としての取り組みを開始した。共同研究では当社はトーチとシステムの開発、北見工大は薄膜の作製と評価を担当している。この過程において発表した「多機能型プラズマジェットトーチの開発とその応用」は、平成10年度精密工学会北海道支部学術講演会において技術賞優秀賞を受けた。これらの成果を背景に当社、北見工大、北見工業技術センターの3者で実用化を目標に研究プロジェクトを組織し申請した「液相材料を用いる新しい溶射装置の開発とその応用」が平成11、12年度の中企業創造基盤技術研究事業(中小企業総合事業団)に採択され、現在に至っている。

### 2. 液相溶射法

#### (1) 原理

粉末やワイヤを用いる従来の溶射では、成膜速度は大きいものの緻密で滑らかなミクロンオーダーの薄膜は得られない。また薄膜の作製に多用されているPVDは成膜速度が小さく、真空チャンバー内での操作を必要とするため大面積の皮膜作製は困難である。液相溶射は、金属イオンあるいはナノサイズのコロイド状・ゾル状の金属を含む溶液を用い、溶質と雰囲気ガスを結合した緻密で滑らかな薄膜を高速で作製できる特徴があり、従来の膜作製技術をブレークスルーするものとして期待できる(特許出願中)。液相溶射の確立には溶媒を加熱分解し、完全に除去することが必須となる。この熱源にはプラズマジェットを利用している

が、後述のように従来型トーチでは溶媒の熱分解が十分ではない。そこで、プラズマジェットの最も高温の中心部に溶液の供給が可能なトーチの開発が必要になる。

#### (2) システム・プラズマジェットトーチ

図1に液相溶射システムの概要を示す。電源には直流(正極性)、プラズマ作動ガスにはアルゴン、溶液の供給には精密定量ポンプを使用している。液相溶射は大気中でも可能であるが、本システムでは任意の雰囲気制御が可能のようにチャンバーを設けている。

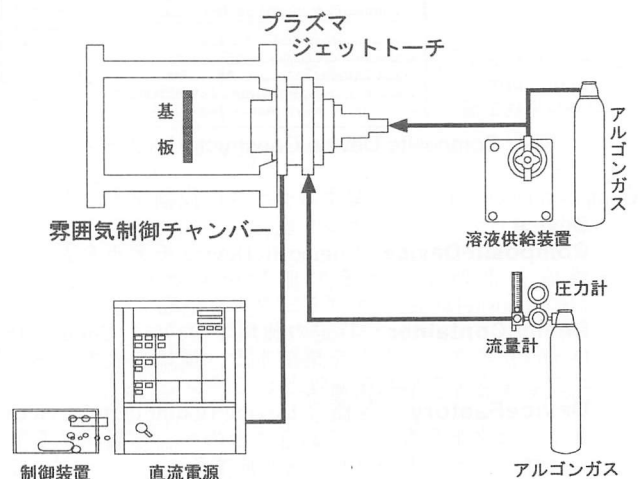
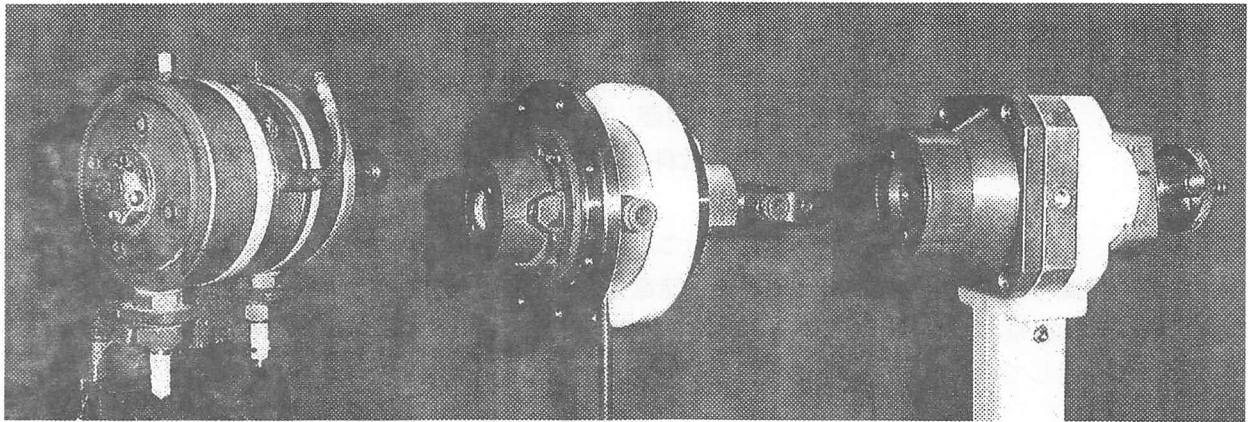


図1 液相溶射システムの概略

溶射の熱源には通常、ガスフレーム、アーク、プラズマジェットなどが用いられる。液相溶射では溶媒の完全な加熱分解が必要なことから、高温高速が得られやすいプラズマジェットを用いることとした。しかし、液相溶射に適応可能なトーチはなく、その開発が大きな課題となっていた。

図2(a)は初期の段階で試作した1号機の外観写真であり、基本的には従来型と同様ノズル先端から溶液を供給する方式である。陰極は外径7mmのタンガステン製、陽極はノズル内径8mmの銅製であり、電極間距離は6.5mm固定である。本トーチは電流800Aの高出力に対応できるが、溶液を最も高温のプラズマ中心部に供給できず、そのま



(a) 1号機

(b) 2号機

(c) 3号機

図2 試作プラズマジェットトーチ

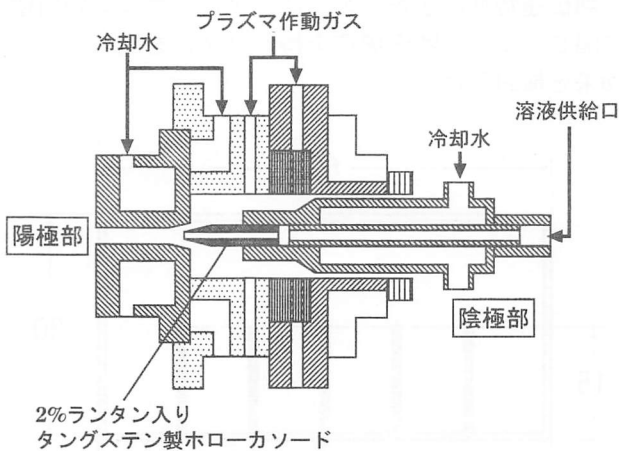


図3 ホローカソード型プラズマジェットトーチの概略 (試作2号機)

まで基板に付着する場合があった。そこで、プラズマ中心部に溶液の供給が可能なホローカソード(穴あき陰極)の採用を検討し、2号機を試作した。その外観写真を図2(b)、断面構造を図3に示す。本トーチでは新しい機構として、陰極を可動方式としたことにより陰極-ノズル間距離を変化させて出力調整ができる。

2号トーチの完成によって酸化鉄、酸化銅、酸化チタンなど各種薄膜の作製が可能になった。ただし、重量が約6kgと手動用としては重過ぎ、また冷却が不十分で200A以上の長時間運転にはやや問題があった。そこで次に、軽量化と冷却効率の改善を図った図2(c)に示す3号機を試作した。本トーチは重量が約1.6kgで、300Aの連続運転にも対応できる完成度のかなり高いものである。

### 3. 液相溶射法の応用例

図4に、試作2号機によって作製した酸化チタン薄膜のSEM写真を示す。溶液にはチタンテトライ



図4 薄膜の表面SEM写真

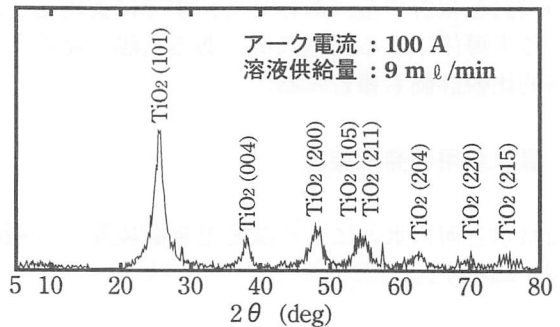


図5 X線回折分析結果

ソプロポキシドを酢酸に混合し加水分解した水溶性ゾル状溶液を用い(供給量: 9 ml/min)、アルゴン雰囲気中で電流100Aとした場合である。皮膜表面の算術平均粗さは $Ra=1.06\mu\text{m}$ であり、従来の溶射皮膜に比較して著しく滑らかである。

図5は同薄膜についてのX線回折分析の結果であり、光触媒作用が期待できるアナターゼ型が主成分となっている。

### 4. おわりに

本研究は、産学官の緊密な連携の基に進行中であり、数年後には事業化に結びつける計画である。

おわりに当たり、本研究の推進に当たって多大なご指導をいただいている中小企業総合事業団の関係各位に深甚の謝意を表す。