

# 液相溶射装置の開発と酸化チタン薄膜作製への応用

北見工業大学（院） ○堅田圭輔

北見工業大学 二俣正美、（株）倉本鉄工所 倉本登

## 要 旨

液相溶射は、イオンあるいはコロイド、ゾル状の皮膜作製物質を含む溶液を用いる新たに開発した薄膜作製法であり、従来の溶射法では困難であったマイクロオーダーの薄膜作製が可能である。本研究では、液相溶射の実用化を目的に開発した装置の構造と特徴、および同装置による酸化チタン薄膜の作製例を紹介する。

## 1. 緒言

本研究では、緻密で平滑な薄膜の作製および溶射プロセスの高度化を目的に、液相溶射と称する新規薄膜作製法の開発について検討を行っている。これまで液相溶射の実用化を図るために、小型軽量で熱効率の良好なプラズマジェットトーチを開発すると共に、装置のシステム化を行ってきた。ここでは、試作4号機にあたるトーチの性能試験と、同装置を用いて行った光触媒作用を有する酸化チタン薄膜の作製結果について報告する。

## 2. 液相溶射装置

### 2.1 システムの構成

図1にトーチ、雰囲気制御チャンバー、制御システムおよび冷却水循環装置から構成した液相溶射装置を示す。本装置はプラズマ出力、ガス流量、溶液供給などの制御部が一つのコントロールボックスに組み込まれ、操作性の向上が図られている。

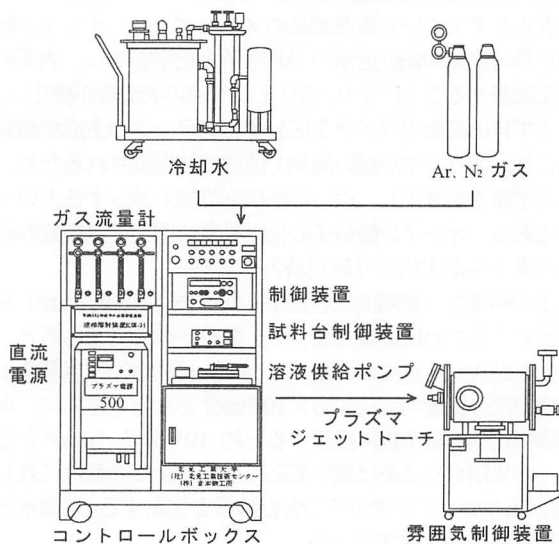


図1 液相溶射装置概略図

### 2.2 プラズマジェットトーチ

#### (1) トーチの構造

図2に、液相溶射装置に搭載したトーチ（4号機）の概略を示す。本トーチはホローカソード（2%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Wで作製した外径6mm、内径1mm、先端角27°の穴あき陰極）を採用したHC型トーチであり、最も高温なプラズマ中心部に溶液を供給できることから、低出力でも溶媒を完全に蒸発除去できる。また、トーチ内部にセラミック製ガスノズルを設け、旋回流と軸流の作動ガス供給方式が任意に選択できる。

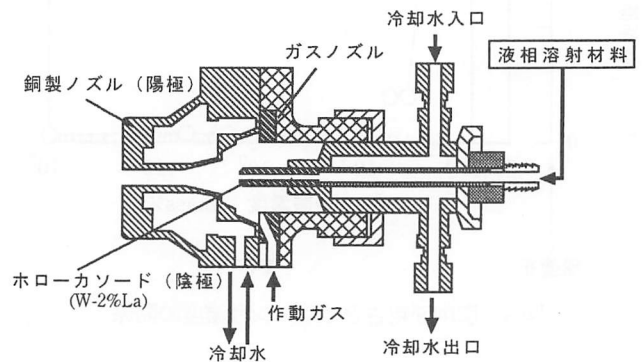


図2 HC型4号トーチの断面構造

#### (2) 電流－電圧特性

図3(a)に作動ガス流量を変化させた場合、(b)に作動ガス供給方式を旋回流および軸流に変化させた場合の電流－電圧特性を示す。図から明らかなように小電流域では負特性、中電流域以上では定特性を示している。また、電圧は作動ガス流量に大きく依存し、低電流域ではその影響を強く受ける傾向がある。電圧は軸流に比べて旋回流の場合に大きく、電流の大小によって異なるが両者間には10V以上の差が見られる。この原因は明らかでないが、結果的に見ると、作動ガスの供給方式によって、作動ガスの電離状態が変化することを示している。

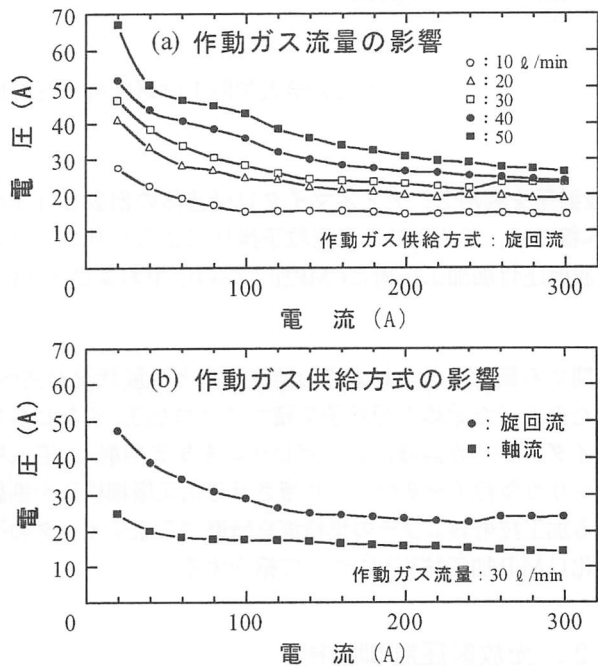


図3 電流－電圧特性

### 3. 酸化チタン薄膜の作製

本研究ではペルオキソ改質アナターゼ (TOsol 240) を用い、光触媒作用の強いアナターゼ型酸化チタン薄膜の作製を試みた。溶射条件は、電流 100～300A、作動ガス流量 30～50 l/min の範囲で変化させ、くもり加工スライドガラス基板 (20×50×1mm) に大気中で行い、トーチ移動速度は 170mm/min とした。作製した薄膜は X 線回折分析および SEM 観察により評価した。

#### (1) X 線回折分析

図 4(a) は TOsol 240 溶液を基板に塗布し自然乾燥させた塗膜についての X 線回折分析結果である。(b)、(c) はそれぞれ液相溶射によって、電流 100A、作動ガス流量 30 l/min、および電流 300A、作動ガス流量 40 l/min の条件で作製した薄膜についての結果である。

(b) には (a) の塗膜には見られないルチルに相当する回折線が一部小さく現れているものの、主成分はアナターゼ型であり、その含有量は 82% である。これに対して (c) では明瞭なアナターゼの回折線が見られず、薄膜はアモルファス状になっていると推測される。

#### (2) SEM 観察

図 5 に薄膜の表面 SEM 写真の例を示す。(a)、(b) はそれぞれ X 線回折分析結果の図 4 (b)、(c) に相当する。(a) の薄膜表面は滑らかであるが亀甲状の亀裂の発生が見られる。これは薄膜とスライドガラス基板の熱膨張の違いによって生じたと推定される。

(b) の薄膜は表面が粗く、樹枝状の不均一な組織を呈している。各試験片について測定した膜厚は 6～8μm、表面粗さは算術平均 Ra で 0.41～0.66μm であり、ミクロンオーダーの平滑な薄膜が得られることが明らかになった。

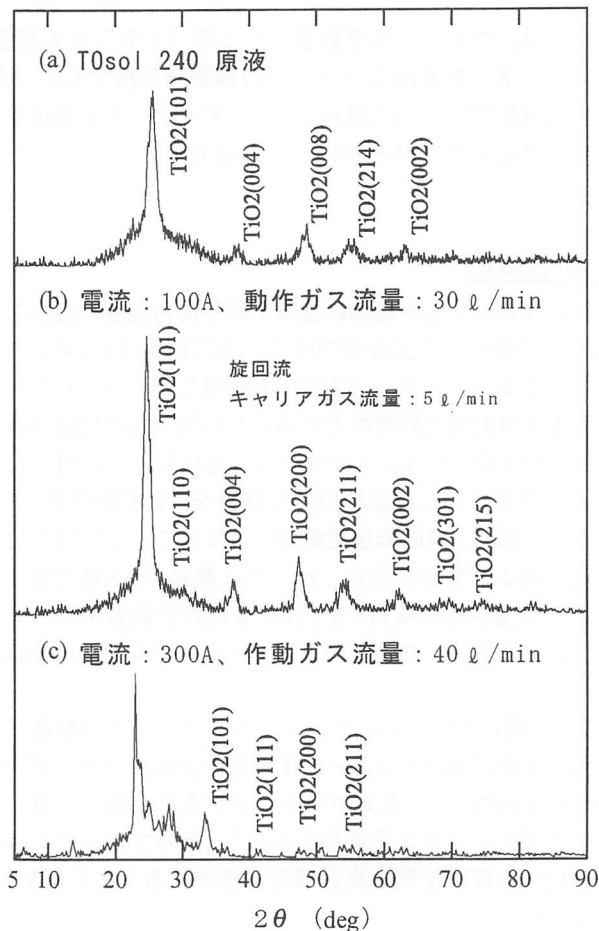
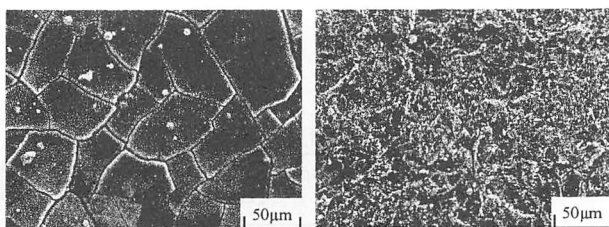


図4 X線回折分析結果



(a) 100A-30 l/min (b) 300A-40 l/min

図5 薄膜の表面SEM写真

### 4. 結言

本研究で得られた知見を以下に示す。  
 (1) 電流－電圧特性曲線において、電圧は作動ガス流量の増加に伴って大きくなり、供給方式が旋回流の場合に顕著に大きくなった。  
 (2) TOsol 240 を用いた液相溶射によって、ミクロンオーダーの平滑なアナターゼ型酸化チタン薄膜が得られた。