

微小重力下での常温衝撃固化セラミックス成膜技術

中野 禪, 小木曾 久人, 佐藤 宏司, 明渡 純 (産総研)
渡邊 匡人, 水野 章敏, 川邊 裕大, 池田 啓紀, 小山 千尋, 秋元 俊彦 (学習院大)

Ceramics deposition process using room temperature impact consolidation under micro gravity

Shizuka Nakano, Hisato Ogiso, Hiroshi Sato, Jun Akedo
AIST, Tsukuba, 305-8564

Masahito Watanabe, Akitoshi Mizuno, Yudai Kawabe, Hiroki Ikeda, Chihiro Koyama, Toshihiko Akimoto

Gakushuin Univ., Tokyo, 171-8588

E-mail: shizuka.nakano@aist.go.jp

Abstract: We developing a ceramic deposition (coating) technology using room temperature impact consolidation (RTIC) mechanism, that is named aerosol deposition (AD) method. This method use a ceramics powders for raw materials, and they are carried by process gas, i.e. helium, argon, nitrogen and others. The powders are accelerated and impact to a target substrate, and powders are consolidate upon the substrate. This method expected to large area of industrial use, because it use only a kinetic energy of accelerated powder, and no-use the thermal effect. Therefore, it is able to apply a metal, glass, and polymer target, which are week for thermal or has large difference of thermal expansion rate. However the gravity causes problems for aerosol powders. The gravity fall down the powders and powder cohere with each together. We expected the micro gravity to improve the AD method by disperse of raw powders, and also expected to deposit a rare materials. The results of parabolic flight tests are reported here.

1.はじめに

常温衝撃固化現象を用いたエアロゾルデポジション (AD) 法 (1,2) は、セラミックスの粉体原料をノズルから吹き付け成膜する低温、高速、高品質の厚膜形成技術として産業応用や宇宙空間での利用が期待される。微小重力下では原料粉を分散浮遊させられ、高品質な成膜が可能となると期待される。また、宇宙空間での成膜手法としても、簡便・容易でかつセラミックス圧膜形成技術として有効な手法と考えられる。そこで、微小重力での成膜について航空機利用による実験を行い、PZT、クラスレート材料について実際の成膜を行った。

2.実験装置

AD 法の装置の概要を図 1 に示す。粉原料をエアロゾル化室に投入し、ガスブローによりエアロゾル化する。一方被成膜基板は成膜室に用意し、真空ポンプにより真空とする。航空機実験で利用した実験装置では、油ロータリーポンプが使えないので、容量は小さいがダイヤフラム型ポンプとした。この真空

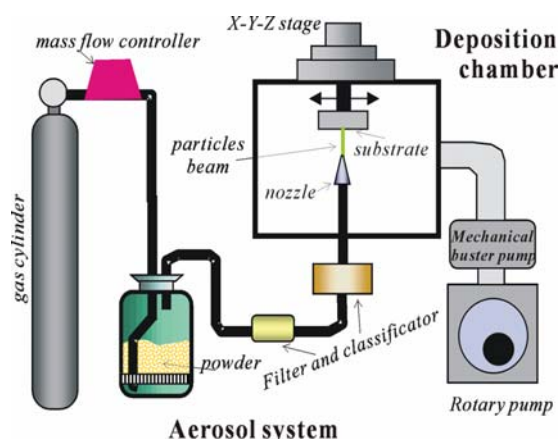


Fig.1 Schematic of Aerosol deposition

排気力とガスのブローによる圧力差により先のエアロゾル化した原料粉を成膜室に搬送し、ノズルから基板に吹き付け成膜する。航空機実験では過去 5 回のフライトを行い、装置を改良しながら実験を繰り返す。

返した。3回目最終フライト時の実験装置を Fig.2 に示す。最終フライトでは、エアロゾル化室を独立させ、装置上にバンドで固定している四角フレーム内に設置した。微小重力実験時にはこれを操作者が手から浮遊させることにより実験した。これは、4回目までの実験結果から、粉原料が機体の 0.01G 程度の加速度に敏感に動き、安定したエアロゾルが得られなかった事が判明したからである。この浮遊型により、エアロゾル状態は大きく改善した。

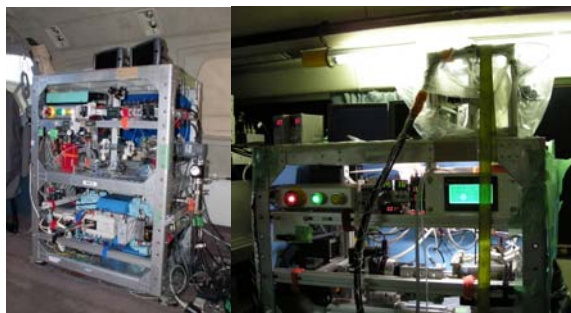


Fig.2 Experimental system of 3rd flight(L), Final Flight(R).

3.実験と結果

実験にはチタン酸ジルコニア鉛(PZT)をステンレス基板に成膜する、もしくはクラスレート材料を石英基板に成膜した。成膜室、エアロゾル化室は小容量とし、原料粉は 5g から 10g 程度で実験した。ガス流量は 4l/min~8l/min とし、He,N₂,Ar ガスを利用した。当初実験では成膜は可能だが、G の変動に敏感に厚さが変わる等の課題が残り、かつ得られる膜厚が薄い問題があった。実験結果を全て見返したところ、X,Y 方向の G 影響と考えると挙動が明らかになる点があり、最終回では浮遊化した。ただし、ホース・ケーブルがついているので浮遊範囲は限られ、また自由に動く与其他の実験・操作者への影響があるため移動しすぎると手で押さえる。そのためその時点で加速度が発生するため、20 秒間の安定した G は難しい。また G センサを設置できていないため、G 評価は出来なかった。クラスレート材では、機体固定相等として手で押さえた実験と浮かせた実験の比較を行ったが、押さえた場合には粉の浮遊が少なく、ムラが多い薄い膜となった。一方浮遊させた場合には厚さもあり、ノズル幅以上に広がった成膜となった。Fig.3 に成膜したサンプルの写真を示す。PZT の場合は、成膜を 18 回のパラボリックフライトで 1 枚のサンプルとしたので直接比較は出来ないが、18 回、約 3 分相当の成膜により厚さ 18 ミクロン程度の厚い膜の形成に成功した。サンプルの写真とまた比誘電率を測定した結果を Fig.4,5 に示す。PZT ではノズル幅に厚い膜が形成され、周囲に薄い膜が出来ることがわかる。Fig.5 の結果では、得られた膜の比誘

電率とタンジェントデルタを示しているが、この結果はほぼ地上成膜 PZT の結果と一致している。微小重力下でも地上と同等の結果が得られることが判った。

4. まとめ

航空機利用の成膜で以下の知見を得た。

- 粉原料は 0.01G 程度の小さな加速度の影響も大きく、装置を浮遊させると安定できる。
- 粉の浮遊が安定すると膜厚が向上した。また膜の特性も 1 G 下成膜相当と見込めた。
- サンプル数を増やす等含め微細な効果をより検討する実験が期待される。

謝辞

本研究は日本宇宙フォーラム第 9 回宇宙環境利用公募地上研究として実施しました。また実験遂行にあたり、ダイヤモンドエアサービス社には多大なご協力を頂きました。ここに謝意を示します。

参考文献

- 1) 明渡純他「エアロゾルデポジション法の基礎から応用まで」CMC 出版(2008)
- 2) J. Akedo *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. 40 (2001) 5528-5532.

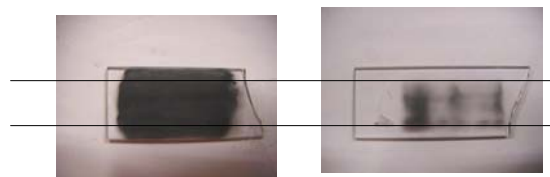


Fig.3 Clathrate film using floating aerosol chamber (left) and fixed chamber (right). The solid line means width of nozzle.

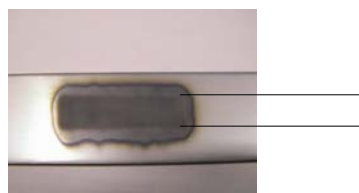


Fig.4 PZT film on stainless steel.

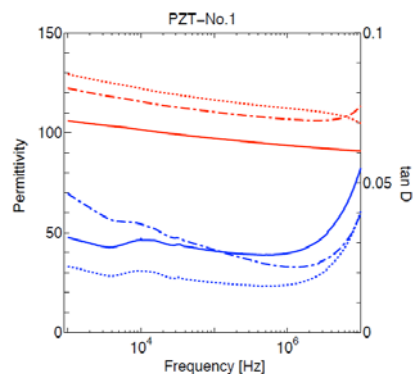


Fig.5 Permittivity of PZT film (red line) and tangent delta (blue line).