(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2006-144094
(P2006-144094A)
(43)公開日　平成18年6月8日(2006.6.8)

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード（参考）
C23C 4/10 (2006.01)	C23C 4/10	4K031

審査請求 未請求　請求項の数 7　OL　（全 10 頁）

(21)出願番号　特願2004-338205 (P2004-338205)
(22)出願日　平成16年11月22日 (2004.11.22)

(71)出願人　000236702
株式会社フジミインコーポレーテッド
愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１
(74)代理人　100068755
弁理士　恩田　博宣
(74)代理人　100105957
弁理士　恩田　誠
(72)発明者　青木　功
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領２丁目１番地の１　株式会社フジミインコーポレーテッド内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】溶射用粉末及びその製造方法

(57)【要約】
【課題】　アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末から形成される溶射皮膜の外観品質を向上させる。
【解決手段】　本発明の溶射用粉末は、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有し、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数が４個以下である。溶射用粉末を１３．６質量％含有する水分散液を用いて１６．２ｋＰａの研磨荷重でもってホウケイ酸ガラスを研磨したときに単位時間当たりに研磨除去されるホウケイ酸ガラスの重量として定義される研磨速度（単位：グラム／分）は、溶射用粉末の５０％粒子径（単位：マイクロメートル）を０．６乗して更に０．２を乗じて得られる値以下であることが好ましい。
【選択図】　なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末であって、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数が４個以下であることを特徴とする溶射用粉末。
【請求項２】
溶射用粉末を１３．６質量％含有する水分散液を用いて１６．２ｋＰａの研磨荷重でもってホウケイ酸ガラスを研磨したときに、単位時間当たりに研磨除去されるホウケイ酸ガラスの重量として定義される研磨速度Ｒ（単位：グラム／分）が次式を満たすことを特徴とする請求項１に記載の溶射用粉末。
$R \leqq 0.2 \times D_{50}^{0.6}$
（式中のD_{50}は、溶射用粉末の５０％粒子径（単位：マイクロメートル）を意味する。）
【請求項３】
溶射用粉末の安息角が４５度以下であることを特徴とする請求項１又は２に記載の溶射用粉末。
【請求項４】
溶射用粉末の５０％粒子径が５０μｍ以下であることを特徴とする請求項１～３のいずれか一項に記載の溶射用粉末。
【請求項５】
溶射用粉末の５０％粒子径が７μｍ以上であることを特徴とする請求項１～４のいずれか一項に記載の溶射用粉末。
【請求項６】
溶射用粉末中の粒子のアスペクト比が２．５以下であることを特徴とする請求項１～５のいずれか一項に記載の溶射用粉末。
【請求項７】
請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末の製造方法であって、
アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末を用意する工程と、
溶射用粉末中の金属系不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を酸洗浄する工程、溶射用粉末中の磁性不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を磁選する工程、及び溶射用粉末中の炭素系不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を焼成する工程のうちの少なくともいずれか一つと
を備えることを特徴とする溶射用粉末の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末に関する。
【背景技術】
【０００２】
半導体製造装置には、プラズマプロセスの際にプラズマによってエロージョン損傷を受ける虞のある部材が含まれる。通常、半導体製造装置の大部分はステンレスやアルミニウムなどの金属で構成されており、プラズマによるエロージョン損傷が特に激しい部分は、耐プラズマエロージョン性の高いアルミナなどの酸化物セラミックスで構成されている。近年、シリコンウェハーの大口径化に伴い、半導体製造装置の大型化が進んでいる。それに伴って、半導体製造装置中の酸化物セラミックスからなる部材の大型化も進んでいる。しかしながら、焼結などで作製されるバルクの酸化物セラミックスは、加工が難しく、またコストも高い。そのため、大型の部材に関しては、比較的安価で加工が容易な金属からなる基材の表面にアルミナコーティングを設けることにより作製されている。
【０００３】
アルミナコーティングの作製技術の一つとしてプラズマ溶射法はよく知られている。プラズマ溶射法は、物理気相成長法や化学気相成長法よりも、皮膜を作製する速度が高く、また、基材の材質が制限されないという利点を有する。さらには、物理気相成長法や化学

気相成長法は、真空下や減圧下、あるいは雰囲気ガスが制御された環境で行われることが一般的であり、そのような環境を作製する容器内でしか行えないという制限がある。一方、プラズマ溶射法は大気中での成膜が可能であり、気相成長法のような制限は少ない。

【０００４】

特許文献１には、プラズマ溶射により溶射皮膜を形成する用途に使用可能なアルミナ粉末が開示されている。特許文献１に記載のアルミナ粉末は、例えば、水酸化アルミニウムの熱処理により得られる遷移アルミナを塩化水素ガス雰囲気中で焼成することにより製造される。こうして製造されるアルミナ粉末は高純度であるため、これをプラズマ溶射して得られる溶射皮膜は、不純物やパーティクルの混入が好まれない半導体製造装置用途において有用とされている。しかしながら、特許文献１に記載のアルミナ粉末には製造コストが比較的高いという欠点がある。

【０００５】

製造コストが比較的低廉なアルミナ粉末として、アルミナ溶射皮膜の原料として広く使用されているアルミナの溶融－粉砕粉末が特許文献１に記載のアルミナ粉末よりも以前から知られている。アルミナの溶融－粉砕粉末を溶射して得られるアルミナ溶射皮膜は、電気絶縁性や耐熱性、耐腐食性に優れている。ところが、アルミナの溶融－粉砕粉末は一般に、製造時の不純物の混入を避けることが難しく、これをプラズマ溶射して得られる溶射皮膜には溶融－粉砕粉末中の不純物に由来する有色点が多く生じるため、不純物やパーティクルの混入が好まれない半導体製造装置用途には不向きとされていた。

【特許文献１】特開平６－１９１８３６号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

本発明の目的は、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末から形成される溶射皮膜の外観品質を向上させることにある。

【課題を解決するための手段】

【０００７】

上記の目的を達成するために、請求項１に記載の発明は、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末であって、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数が４個以下であることを特徴とする溶射用粉末を提供する。

【０００８】

請求項２に記載の発明は、溶射用粉末を１３．６質量％含有する水分散液を用いて１６．２ｋＰａの研磨荷重でもってホウケイ酸ガラスを研磨したときに、単位時間当たりに研磨除去されるホウケイ酸ガラスの重量として定義される研磨速度Ｒ（単位：グラム／分）が式：$R \leqq 0.2 \times D_{50}^{0.6}$（ただし、式中の$D_{50}$は、溶射用粉末の５０％粒子径（単位：マイクロメートル）を意味する。）を満たすことを特徴とする請求項１に記載の溶射用粉末を提供する。

【０００９】

請求項３に記載の発明は、溶射用粉末の安息角が４５度以下であることを特徴とする請求項１又は２に記載の溶射用粉末が提供される。

請求項４に記載の発明は、溶射用粉末の５０％粒子径が５０μｍ以下であることを特徴とする請求項１～３のいずれか一項に記載の溶射用粉末が提供される。

【００１０】

請求項５に記載の発明は、溶射用粉末の５０％粒子径が７μｍ以上であることを特徴とする請求項１～４のいずれか一項に記載の溶射用粉末を提供する。

請求項６に記載の発明は、溶射用粉末中の粒子のアスペクト比が２．５以下であることを特徴とする請求項１～５のいずれか一項に記載の溶射方法を提供する。

【００１１】

請求項７に記載の発明は、請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末の製造方法であって、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末を用意する工程と、溶射用粉

末中の金属系不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を酸洗浄する工程、溶射用粉末中の磁性不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を磁選する工程、及び溶射用粉末中の炭素系不純物粒子を取り除くべく、溶射用粉末を焼成する工程のうちの少なくともいずれか一つとを備えることを特徴とする溶射用粉末の製造方法を提供する。

【発明の効果】

【００１２】

本発明によれば、アルミナの溶融－粉砕粉末を含有する溶射用粉末から形成される溶射皮膜の外観品質を向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１３】

以下、本発明の一実施形態を説明する。

本実施形態に係る溶射用粉末は、アルミナ（Al_2O_3）の溶融－粉砕粉末からなり、例えばプラズマ溶射により溶射皮膜を形成する用途に使用される。

【００１４】

溶射用粉末中のアルミナの含有量が９９．９０質量％よりも少ない場合には、溶射用粉末から形成される溶射皮膜の耐電圧（絶縁抵抗）がそれほど良好でない虞があり、耐プラズマエロージョン性も若干低下する虞がある。従って、溶射用粉末中のアルミナの含有量は、好ましくは９９．９０質量％以上である。

【００１５】

Na_2Oに換算した溶射用粉末中のナトリウムの含有量が０．０４質量％よりも多い場合にも、溶射用粉末から形成される溶射皮膜の耐プラズマエロージョン性がそれほど良好でない虞がある。従って、Na_2Oに換算した溶射用粉末中のナトリウムの含有量は、好ましくは０．０４質量％以下である。Na_2Oに換算した溶射用粉末中のナトリウムの含有量は、例えば発光分析法又は原子吸光法で測定される。

【００１６】

溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数が４個よりも多い場合には、溶射用粉末から形成される溶射皮膜に有色点が多く生じるために、溶射皮膜の外観品質が所要の水準を満たすことができない。従って、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数は４個以下であることが必須である。ただし、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数がたとえ４個以下であっても、３．５個よりも多い場合、さらに言えば３個よりも多い場合には、溶射用粉末から形成される溶射皮膜の外観品質がそれほど大きく改善されない。従って、溶射用粉末１ｇ当たりの有色粒子の個数は、好ましくは３．５個以下、より好ましくは３個以下である。

【００１７】

溶射皮膜の外観品質を低下させる要因となる溶射皮膜の有色点は、溶射用粉末中の有色粒子だけでなく、溶射時に使用される粉末供給機や溶射機等の装置類が溶射用粉末により摩耗されて生じる摩耗屑にも起因する。すなわち、粉末供給機や溶射機等の摩耗屑が溶射用粉末中に多く混入すると、溶射用粉末から形成される溶射皮膜に有色点が多く生じるため、溶射皮膜の外観品質が低下する。従って、溶射皮膜の外観品質の低下を避けるためには、溶射用粉末への摩耗屑の混入を低減すること、換言すれば、溶射用粉末が接触する粉末供給機や溶射機、及び両機を接続するチューブ等の部分をできるだけ摩耗しないことが肝要である。

【００１８】

溶射用粉末が粉末供給機や溶射機等の装置類を摩耗する能力は、例えば、溶射用粉末の水分散液を用いて特定の対象物を研磨したときに測定される研磨速度によって推し量ることができる。例えば、溶射用粉末を１３．６質量％含有する水分散液を用いて１６．２ｋＰａ（１６５ｇ／ｃｍ^2）の研磨荷重でもってホウケイ酸ガラスを研磨したときに単位時間当たりに研磨除去されるホウケイ酸ガラスの重量を研磨速度Ｒ（単位：グラム／分）と定義したとする。この場合、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}（単位：マイクロメートル）を０．６乗して更に０．２を乗じて得られる値よりも研磨速度Ｒが大きい場合（すなわち

$R \leqq 0.2 \times D_{50}^{0.6}$が成立しない場合）、さらに言えば５０％粒子径$D_{50}$を０．６乗して更に０．１８を乗じて得られる値よりも研磨速度Ｒが大きい場合（すなわち$R \leqq 0.18 \times D_{50}^{0.6}$が成立しない場合）、もっと言えば５０％粒子径$D_{50}$を０．６乗して更に０．１７を乗じて得られる値よりも研磨速度Ｒが大きい場合（すなわち$R \leqq 0.17 \times D_{50}^{0.6}$が成立しない場合）には、溶射皮膜の外観品質が低下する虞がある。従って、研磨速度Ｒは、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}を０．６乗して更に０．２を乗じて得られる値以下であることが好ましく、５０％粒子径D_{50}を０．６乗して更に０．１８を乗じて得られる値以下であることがより好ましく、５０％粒子径D_{50}を０．６乗して更に０．１７を乗じて得られる値以下であることが最も好ましい。なお、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}は、積算体積が溶射用粉末中の全粒子の体積の合計の５０％以上になるまで粒子径の小さい粒子から順に溶射用粉末中の粒子の体積を積算したときに最後に積算される粒子の粒子径であり、例えばレーザー回析／散乱式粒度分布測定機を用いて測定される。

【００１９】

溶射用粉末が粉末供給機や溶射機等の装置類を摩耗する能力は、溶射用粉末の安息角によっても推し量ることができる。溶射用粉末の安息角が４５度よりも大きい場合、さらに言えば４２度よりも大きい場合には、溶射用粉末の流動性が低いがために、粉末供給機や溶射機等の装置類が溶射用粉末によって強く摩耗される虞がある。従って、溶射用粉末の安息角は、好ましくは４５度以下、より好ましくは４２度以下である。

【００２０】

溶射用粉末が粉末供給機や溶射機等の装置類を摩耗する能力は、溶射用粉末中の粒子のアスペクト比の影響を受ける。溶射用粉末中の粒子のアスペクト比が２．５よりも大きい場合には、溶射用粉末中の粒子の球形度が低いがために、粉末供給機や溶射機等の装置類が溶射用粉末によって強く摩耗される虞がある。従って、溶射用粉末中の粒子のアスペクト比は、好ましくは２．５以下である。なお、溶射用粉末中の粒子のアスペクト比は、粒子の形状に最も近似する楕円球の長軸の長さである長径を同楕円球の短軸の長さである短径で除することにより求められる。

【００２１】

溶射用粉末が粉末供給機や溶射機等の装置類を摩耗する能力は、溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度の影響も受ける。溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度が０．８８よりも小さい場合には、溶射用粉末中の粒子の球形度が低いがために、粉末供給機や溶射機等の装置類が溶射用粉末によって強く摩耗される虞がある。従って、溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度は、好ましくは０．８８以上である。なお、溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度は、粒子投影像と同一面積の円の周囲長を粒子投影像の周囲長で除することにより求められる。

【００２２】

溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}が５０μｍよりも大きい場合、さらに言えば４５μｍよりも大きい場合、もっと言えば４０μｍよりも大きい場合には、溶射用粉末の付着効率（溶射歩留まり）が低下する虞がある。この場合の付着効率の低下は、溶射用粉末中の粒子のサイズが大きめであるがために、溶射の際に溶射用粉末が、フレームにより軟化又は溶融されにくいことに起因する。従って、溶射用粉末の軟化不足又は溶融不足の防止のためには、溶射用粉末中の粒子のサイズは細かめであることが好ましく、具体的には、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}は、５０μｍ以下であることが好ましく、４５μｍ以下であることがより好ましく、４０μｍ以下であることが最も好ましい。

【００２３】

一方、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}が７μｍよりも小さい場合、さらに言えば９μｍよりも小さい場合、もっと言えば１０μｍよりも小さい場合には、溶射用粉末の流動性が低いがために脈動が発生したりして、粉末供給機から溶射機へ粉末を安定して供給することが困難になる虞がある。また、最悪の場合、粉末供給機と溶射機を接続するチューブなどが粉末により閉塞し、粉末の供給が不可能になる虞もある。さらには、溶射フレームに効率よく粉末を供給するには、粉末の重量がある程度重い方が好ましいが、微粉末になる

に従い、粉末粒子の個々の重量が低下するため、効率よく溶射フレームに供給することが困難になり、付着効率が低下する虞もある。従って、脈動や閉塞の発生防止並びに付着効率の低下防止のためには、溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}は、７μｍ以上であることが好ましく、９μｍ以上であることがより好ましく、１０μｍ以上であることが最も好ましい。

【００２４】

本実施形態に係る溶射用粉末は、次のようにして製造される。まず、一般にバイヤー法と言われる方法でアルミナの溶融－粉砕粉末のための原料アルミナが製造される。バイヤー法ではまず、ボーキサイトと呼ばれるアルミナ水和物を苛性ソーダで溶液にし、それを加水分解して水酸化アルミニウムを析出させる。この析出物をろ過及び洗浄の後、１０００℃以上に焼成して原料アルミナは製造される。次に、アルミナの溶融－粉砕粉末を得るべく、原料アルミナを２０００℃以上に加熱して溶融した後に冷却して得られるアルミナ固化物を粉砕する。こうして得られた溶融－粉砕粉末を引き続き、酸洗浄、磁選及び焼成に供し、さらに焼成後の溶融－粉砕粉末を解砕及び分級することにより溶射用粉末は製造される。

【００２５】

酸洗浄は、アルミナ固化物を粉砕する際に使用されるハンマーに由来するなどして溶融－粉砕粉末中に混入する金属系不純物粒子を取り除くために行われる。磁選は、同じくアルミナ固化物を粉砕する際に使用されるハンマーに由来するなどして溶融－粉砕粉末中に混入する磁性不純物粒子を取り除くために行われる。焼成は、原料アルミナを溶融させる際に使用される炭素電極に由来するなどして溶融－粉砕粉末中に混入する炭素系不純物粒子を昇華又は燃焼させて取り除くために行われる。焼成の際の焼成温度は、好ましくは１０００～１６００℃、より好ましくは１１００～１５００℃であり、最高温度保持時間は、好ましくは１～４０時間、より好ましくは２～３０時間である。

【００２６】

本実施形態は、以下の利点を有する。

・　本実施形態に係る溶射用粉末をプラズマ溶射して得られる溶射皮膜は、溶融－粉砕粉末中の不純物に由来する有色点の少ない良好な外観を呈する。従って、本実施形態に係る溶射用粉末は、従来アルミナの溶融－粉砕粉末には不向きとされていた半導体製造装置用途において好適に使用可能であることが推測される。

【００２７】

前記実施形態は以下のように変更されてもよい。

・　溶射用粉末は、アルミナの溶融－粉砕粉末以外の成分を含有してもよい。ただし、溶射用粉末中の溶融－粉砕粉末の含有量はできるだけ１００％に近いことが好ましい。

【００２８】

・　溶射用粉末を溶射する方法は、プラズマ溶射以外の方法であってもよい。

・　溶射用粉末の製造の際の酸洗浄、磁選及び焼成のうちのいずれか一つ又は二つを省略してもよい。

【００２９】

・　酸洗浄、磁選及び焼成を行う順番は特に制限されるものでなく、これら三つの処理はどのような順序で行われてもよい。

次に、本発明の実施例及び比較例を説明する。

【００３０】

実施例１～１３及び比較例１～２においては、アルミナの溶融－粉砕粉末からなる溶射用粉末を調製した。比較例３においては、特許文献１に記載のアルミナ粉末からなる溶射用粉末を調製した。実施例１～１３及び比較例１～３に係る各溶射用粉末の詳細は表１に示すとおりである。

【００３１】

表１の“５０％粒子径D_{50}”欄中の数値は、（株）堀場製作所製のレーザー回析／散乱式粒度分布測定機“ＬＡ－３００”を用いて測定した溶射用粉末の５０％粒子径D_{50}であ

る。

【００３２】

表１の“有色粒子密度”欄中の数値は、倍率１００倍の光学顕微鏡を用いて測定した、溶射用粉末１ｇ当たりに含まれる有色粒子の個数を表す。光学顕微鏡による観察画像を２５６階調のグレースケールに変換したときに平均明度が１００番以下である溶射用粉末中の粒子を有色粒子として計数した。

【００３３】

表１の“研磨速度”欄中の数値は、溶射用粉末を１３．６質量％含有する水分散液を用いて表２に示す研磨条件に従ってホウケイ酸ガラス（光学ガラスＢＫ７）を研磨したときに単位時間当たりに研磨除去されるホウケイ酸ガラスの重量として定義される研磨速度の平均値を表す。研磨速度は、（株）島津製作所製の電子天秤“ＥＢ－３３０Ｈ”を用いて研磨の前後に測定されるホウケイ酸ガラスの重量の差を研磨時間で除することにより算出した。

【００３４】

表１の“アスペクト比”欄中の数値は、走査電子顕微鏡を用いて測定した溶射用粉末中の粒子の長径及び短径から算出したアスペクト比の平均値である。アスペクト比の測定は、各溶射用粉末中から任意に選択した１００個の粒子について行った。

【００３５】

表１の“円形度”欄中の数値は、シメックス（株）製のフロー式粒子像分析装置“ＦＰＩＡ－２０００”を用いて測定した溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度である。

表１の“安息角”欄中の数値は、筒井理化学器械（株）製のＡ．Ｂ．Ｄ粉体特性測定機“Ａ．Ｂ．Ｄ－７２形”を用いて測定した溶射用粉末の安息角である。

【００３６】

表１の“Na_2O含有量”欄中の数値は、蛍光Ｘ線分析機を用いて測定した、Na_2Oに換算した溶射用粉末中のナトリウムの含有量である。

表１の“アルミナ含有量”欄中の数値は、下記の計算式１に従って算出した溶射用粉末中のアルミナ含有量（アルミナ純度）である。

【００３７】

計算式１：　アルミナ含有量［質量％］＝１００－（Na_2O含有量［質量％］＋SiO_2含有量［質量％］＋Fe_2O_3含有量［質量％］）

式１中、Na_2O含有量は、ナトリウム（Ｎａ）をNa_2Oに換算したときの溶射用粉末中のナトリウムの含有量を表し、SiO_2含有量は、ケイ素（Ｓｉ）をSiO_2に換算したときの溶射用粉末中のケイ素の含有量を表し、Fe_2O_3含有量は、鉄（Ｆｅ）をFe_2O_3に換算したときの溶射用粉末中の鉄の含有量を表す。Na_2O含有量、SiO_2含有量、Fe_2O_3含有量はいずれも蛍光Ｘ線分析機を用いて測定した。

【００３８】

実施例１～１３及び比較例１～３に係る各溶射用粉末を表３に示す条件でプラズマ溶射して形成した溶射皮膜の表面の任意の５０箇所を倍率１００倍の光学顕微鏡で観察した。光学顕微鏡による５０カ所の観察画像をそれぞれ２５６階調のグレースケールに変換したときに最低明度が１００番以下であって且つ直径が３０μｍ以上の溶射皮膜の領域を有色点として計数した。そして、溶射皮膜１cm^2当たりに存在する有色点の個数に基づいて、優（◎）、良（○）、可（△）、不良（×）の四段階で各溶射皮膜を評価した。すなわち、溶射皮膜１cm^2当たりに存在する溶射皮膜の個数が０．３個未満の場合には優、０．３個以上０．３７個未満の場合には良、０．３７個以上０．４５個未満の場合には可、０．４５個以上の場合には不良と評価した。この評価の結果を表１の“有色点”欄に示す。

【００３９】

実施例１～１３及び比較例１～３に係る各溶射用粉末をプラズマ溶射して形成した溶射皮膜の表面の明度（Ｌ）、色相（ａ）、彩度（ｂ）を、ハンター式測色色差計（ＪＩＳＰ８１２３参照）を用いて測定し、下記の計算式２に従って溶射皮膜の白色度を算出した

。そして、算出された白色度に基づいて、優（◎）、良（○）、可（△）、不良（×）の四段階で各溶射皮膜を評価した。すなわち、白色度が８０％以上の場合には優、７５％以上８０％未満の場合には良、７０％以上７５％未満の場合には可、７０％未満の場合には不良と評価した。この評価の結果を表１の“白色度”欄に示す。

【００４０】

計算式２：　白色度（％）＝１００－ｓｑｒ（（１００－Ｌ）^{2}＋ａ^2＋ｂ^2）

実施例１～１３及び比較例１～３に係る各溶射用粉末をプラズマ溶射して形成した溶射皮膜を２４時間の塩水噴霧試験（ＪＩＳ　Ｚ　２３７１参照）に供した後、溶射皮膜の白色度を上記と同様にして算出した。そして、算出された白色度に基づいて、優（◎）、良（○）、可（△）、不良（×）の四段階で各溶射皮膜を評価した。すなわち、白色度が８０％以上の場合には優、７５％以上８０％未満の場合には良、７０％以上７５％未満の場合には可、７０％未満の場合には不良と評価した。この評価の結果を表１の“塩水噴霧後の白色度”欄に示す。

【００４１】

【表１】

	50%粒子径 D_{50} [μm]	有色粒子密度 [個／g]	研磨速度 [g／分]	アスペクト比	円形度	安息角 [度]	Na_2O 含有量 [質量百分率]	アルミナ含有量 [質量百分率]	有色点	白色度	塩水噴霧後の白色度
実施例1	23.5	2.0	1.05	1.7	0.905	32.0	0.02%	99.92%	◎	◎	◎
実施例2	19.8	3.0	1.00	1.9	0.912	35.0	0.01%	99.94%	◎	◎	◎
実施例3	29.2	1.8	1.26	2.1	0.897	31.0	0.02%	99.94%	◎	◎	◎
実施例4	36.4	3.2	1.43	1.5	0.889	33.0	0.02%	99.93%	◎	◎	○
実施例5	18.2	2.4	0.90	1.8	0.916	37.0	0.02%	99.95%	◎	◎	◎
実施例6	8.0	2.2	0.58	2.1	0.922	44.0	0.04%	99.92%	◎	◎	○
実施例7	6.6	2.6	0.49	2.2	0.938	46.0	0.04%	99.92%	○	◎	○
実施例8	23.4	3.6	1.13	1.9	0.902	35.0	0.03%	99.94%	△	△	△
実施例9	22.9	3.8	1.45	1.7	0.907	38.0	0.02%	99.91%	△	○	△
実施例10	23.5	1.8	1.05	2.6	0.896	47.0	0.04%	99.93%	△	◎	○
実施例11	51.0	2.2	1.74	2.2	0.904	34.0	0.03%	99.91%	○	○	△
実施例12	26.5	1.6	1.49	2.7	0.876	46.0	0.05%	98.98%	○	△	△
実施例13	26.6	2.0	1.52	3.2	0.867	35.0	0.03%	99.93%	△	○	○
比較例1	20.8	4.6	1.15	2.2	0.897	38.0	0.03%	99.93%	×	△	×
比較例2	21.6	4.2	1.34	1.7	0.901	36.0	0.06%	99.88%	×	×	×
比較例3	18.6	2.2	0.98	1.1	0.941	37.2	0.01%	99.97%	◎	◎	◎

【００４２】

【表２】

研磨対象物：直径 2.5 インチ(＝約 64mm)の光学ガラス BK7
研磨機：浜井産業(株)製のラップマシン“HAMAI 4BT”
定盤回転数：58rpm
研磨荷重：16.2kPa
研磨時間：15 分

【００４３】

【表３】

基材：褐色アルミナ研削材(A#40)によるブラスト処理済みのアルミ板(250mm×75m×3mm)
溶射機：Praxair 社製の"SG-100"
粉末供給機：Praxair 社製の"Model 1264"
Ar ガス圧：50psi
He ガス圧：50psi
電圧：37.0V
電流：900A
溶射距離：120mm
粉末供給量：20g/分

表１に示すように、有色点に関する評価は、実施例１～１３のいずれにおいても可以上であり、中でも実施例１，２，３及び５においては特許文献１に記載のアルミナ粉末を用いた比較例３の場合と同じ優であった。この結果から、実施例１～１３に係る溶射用粉末によれば外観品質の良好な溶射皮膜を形成可能であること、特に実施例１，２，３及び５に係る溶射用粉末によれば特許文献１に記載のアルミナ粉末から形成される溶射皮膜と同程度の外観品質の溶射皮膜を安価に形成可能であることが分かる。また、塩水噴霧後の白色度は、実施例１～１３のいずれにおいても、塩水噴霧する前の白色度とほとんど変わらず、その評価はいずれも可以上である。この結果から、実施例１～１３に係る溶射用粉末から形成される溶射粉末には鉄系不純物の混入が極めて少ないことが分かる。

【００４４】

前記実施形態より把握できる技術的思想について以下に記載する。

・　溶射用粉末中のアルミナの含有量が９９．９０質量以上であることを特徴とする請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末。

【００４５】

・　Na_2Oに換算した溶射用粉末中のナトリウムの含有量が０．０４質量％以下であることを特徴とする請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末。

・溶射用粉末中の粒子の投影像の円形度が０．８８以上であることを特徴とする請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末。

【００４６】

・　溶射により溶射皮膜を形成する用途に使用されることを特徴とする請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末。

・　請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末を溶射することを特徴とする溶射方法。

【００４７】

・　請求項１～６のいずれか一項に記載の溶射用粉末を溶射して形成されることを特徴とする溶射皮膜。

フロントページの続き

(72)発明者　伊部　博之
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領２丁目１番地の１　株式会社フジミインコーポレーテッド内

Ｆターム(参考) 4K031 AA08 AB02 CB01 CB08 CB43 DA04