

衛星推進装置用電子源材料の開発

曾我部 雄二* 岩澤 健太* 新木 翔太* 勝山 秀信** 川村 正行*** 小室 匠***

1. はじめに

宇宙産業における衛星製造分野の世界市場規模は、2021年度の売上が137億ドルに上り¹⁾、今後も市場規模は拡大していくことが予想される。しかし、国内では、民間企業による衛星の開発、打ち上げが進められているものの、衛星の設計・製造に用いる部品の大半は海外の輸入品で構成されており、国内製造業による市場参入が求められている。大塚セラミックス株式会社は、宇宙産業への新規参入を目指して、衛星の電気推進装置の電子源材料（六ホウ化ランタン（LaB₆）焼結体）を開発している。

2. 目的

LaB₆は難焼結性材料であり、焼結によるLaB₆単体での緻密化が難しいという課題がある。緻密化していない焼結体は機械的強度が低下する一方、緻密化促進のためにバインダーを添加すると、電子放射特性に影響を及ぼす可能性がある。本研究では、バインダーを用いずにLaB₆粉末の焼結性を向上させ、機械的強度と電子放射特性を両立したLaB₆焼結体の作製を試みた。

3. 研究内容

3.1 LaB₆の焼結性

3.1.1 LaB₆粉末の微細化

セラミックスの焼結性を向上させる手段の1つとして、粉末粒子を微細化する方法がある。焼結速度の理論式²⁾より、粒子径を細かくすると焼結緻密化速度が速くなり、粉末の焼結性を向上させることができる。本研究では、遊星型ボールミルPM200（レッチェ製）を用いてLaB₆粉末を粉砕し、粉末粒子の微細化を試みた。粉砕容器と粉砕ボールはZrO₂製を使用した。粉砕したLaB₆粉末を粒度分布測定装置 Multisizer3 Coulter Counter（ベックマン・コールター製）で測定し、粉砕による粒径変化を確認した。

3.1.2 LaB₆粉末の焼結方法

難焼結性セラミックスの焼結では、焼結を促進するために加圧焼結や液相焼結が用いられることが多い。本研究では、バインダーの混入を避けるため、加圧しながら短時間で昇温可能な放電プラズマ焼結という方法を採用した。放電プラズマ焼結装置 SPS1050（イズミテック製）を用いて、微細化したLaB₆粉末を焼結し、φ10mm 円柱型LaB₆焼結体の作製を試みた。

3.2 LaB₆焼結体の評価方法

3.2.1 LaB₆焼結体の焼結状態

LaB₆焼結体の焼結状態を確認するため、電子プローブマイクロアナライザ JXA-iHP200F（日本電子製）で焼結体の表面観察を実施した。これと共に、微小ビッ

カース硬さ試験機 HM-220（ミットヨ製）を用いて、HV1.0におけるLaB₆焼結体の硬さを評価した。

3.2.2 LaB₆焼結体の構造解析

粉砕工程や焼結工程において、本研究の条件で作製されたLaB₆焼結体の構造を把握するため、X線回折装置 SmartLab（リガク製）を用いて、LaB₆焼結体の結晶構造を分析した。

3.2.3 LaB₆焼結体の特性評価

電子源材料の電子放射特性を示す指標の1つに、仕事関数がある。仕事関数は固体表面から電子を取り出すときに必要な最小エネルギーを表しており、この値が低いほど電子を放出しやすい材料となる。本研究では、仕事関数の測定手法として、測定試料に制限が少ないケルビンフォース顕微鏡（KFM）を採用した。走査型プローブ顕微鏡 AFM5300E+AFM5000 II（日立ハイテクノロジーズ製）のKFMによる接触電位差測定を行い、SiカンチレバーのRhコートとの相対値からLaB₆焼結体の仕事関数を式(1)³⁾より算出した。

$$V_{CPD} = \phi_s/e - \phi_T/e \quad (1)$$

V_{CPD} ：LaB₆焼結体とカンチレバーの接触電位差

ϕ_s ：LaB₆焼結体の仕事関数

ϕ_T ：カンチレバーの仕事関数 e ：電気素量

4. 研究結果と考察

4.1 LaB₆の焼結性

4.1.1 粉砕したLaB₆粉末の粒度分布評価

図1に、粉砕及び未粉砕のLaB₆粉末の粒度分布測定結果を示す。横軸は粉末粒子の粒径、縦軸は各粒径の粒子が占める体積割合である。最も大きな体積を占める粒子径（最頻径）で比較すると、粉砕前後で19.98μmから1.75μmとなり、粉砕により未粉砕物の約9%の粒子径まで微細化できた。また、粒度分布の分布幅は約25μmから約3.3μmとなり、未粉砕物の約13%まで粒子径を揃えることができた。

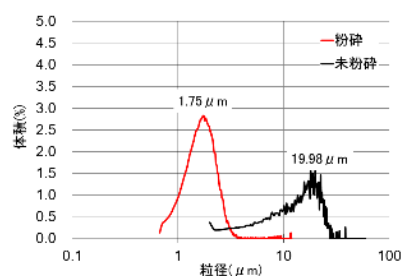


図1 LaB₆粉末の粒度分布

4.1.2 LaB₆粉末の焼結体の作製

粉砕及び未粉砕の粉末を放電プラズマ焼結してLaB₆焼結体を作製した。図2に、粉砕したLaB₆粉末の焼結

体の外観を示す。焼結体の寸法は $\phi 10 \times 6\text{mm}$ 程度であった。

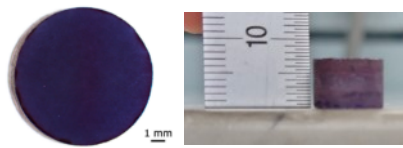


図2 粉砕物のLaB₆焼結体の外観

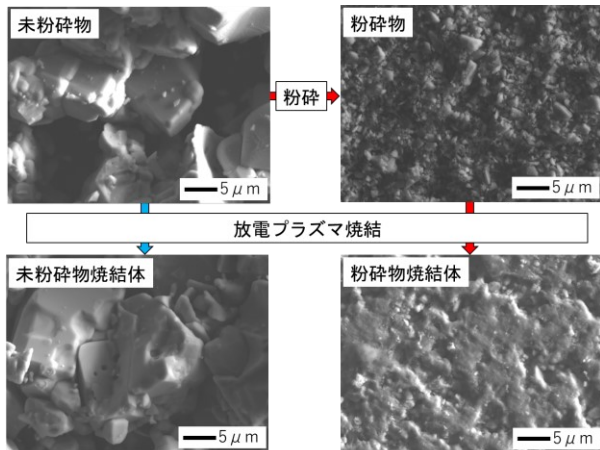


図3 LaB₆粉末及び焼結体表面の二次電子像

図3に、粉砕の有無によるLaB₆焼結体表面の変化を二次電子像で示す。同一の焼結プログラムで放電プラズマ焼結を実施したが、両者の表面形状は大きく異なっていた。未粉砕物の焼結体は、焼結前後で粒子形状に大きな変化は見られず、空隙の多い焼結体であった。一方、粉砕物の焼結体は、比較的空隙の少ない緻密な構造になっていることが確認された。

図4に、各焼結体の微小ビッカース硬さ試験の結果を示す。なお、未粉砕物焼結体は、表面研磨により焼結体の粒子が脱落する状態である。このため、表面が粗い状態なるべく平坦な箇所を測定した参考値となる。両者を比較すると、粉砕物焼結体は未粉砕物焼結体の約2.5倍の硬さを持ち、焼結緻密化により硬さが増加したと推測される。この結果から、粉末の微細化により、LaB₆の焼結性が向上したことが示唆された。

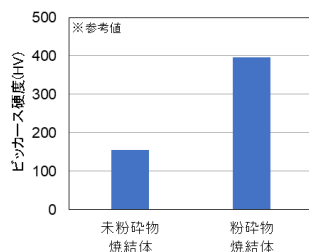


図4 LaB₆焼結体の硬さ

4.2 LaB₆焼結体の構造評価

図5に、未粉砕物と粉砕物の焼結体のX線回折パターンを示す。LaB₆以外にZrB₂やLaBO₃と思われる回折パターンが検出された。これらは、粉砕・焼結工程において、ZrO₂やLa₂O₃が化学反応を起こして生成した化合物と推測される。これらの不純物がLaB₆焼結体の電

子放射特性に与える影響を評価するため、次節で焼結体の仕事関数の評価を実施した。

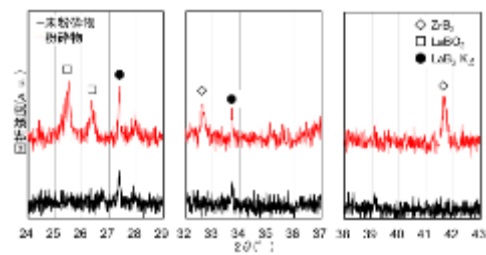


図5 LaB₆焼結体のX線回折パターン

4.3 LaB₆焼結体の性能の評価

表1にLaB₆焼結体の仕事関数の計算結果や単結晶LaB₆の仕事関数の文献値⁴⁾を示す。なお、本研究で作製したLaB₆焼結体は多結晶体であるため、単結晶より仕事関数が高い傾向にあった。未粉砕物焼結体と粉砕物焼結体を比較した結果、不純物の混入による仕事関数の大きな変化は確認されなかった。したがって、焼結体への不純物混入の影響は軽微であると推測される。

表1 LaB₆焼結体の仕事関数

	仕事関数(eV)
未粉砕物焼結体	5.08
粉砕物焼結体	4.89
単結晶LaB ₆	2.3-3.2 ⁴⁾

5. まとめと今後の課題

LaB₆粉末を微細化して放電プラズマ焼結を実施し、機械的強度と電子放射特性を両立したLaB₆焼結体の作製を試みた。

- ・粉砕前と比較し、粉末の最頻径を約9%まで微細化し、粒度分布の分布幅を約13%まで小さくできた。
- ・粉末の微細化により、未粉砕物焼結体より硬い円柱型焼結体を作製できた。
- ・粉砕物焼結体には、ZrB₂やLaBO₃と思われる不純物が確認された。
- ・不純物混入による粉砕物焼結体の仕事関数の変化は確認されなかった。

衛星用電気推進装置向けLaB₆焼結体部品を製造するため、円筒型焼結体の成形・焼結方法の確立が、今後の課題である。

6. 参考文献等

- 1) 上野信一、世界の宇宙産業動向(2021年版)、日本航空宇宙工業会会報「航空と宇宙」、9月号、38-46、2022
- 2) 吉田英弘、焼結の基礎-理論的背景から実際まで-II. 焼結緻密化の速度論、まてりあ、11、677-683、2019
- 3) 秋永広幸、秦信宏、走査型プローブ顕微鏡入門、52-57、2013
- 4) Michael Trenary、Surface science studies of metal hexaborides、Sci. Technol. Adv. Matter. 13、1-12、2012