

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	パルスエネルギーを利用した気相合成法によるナノ粒子分散薄膜の形成
Title(English)	
著者(和文)	小越康子, 青野祐子, 平田敦
Authors(English)	Yasuko Kogoshi, Yuko Aono, ATSUSHI HIRATA
出典(和文)	2014年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, , , pp. 577-578
Citation(English)	, , , pp. 577-578
発行日 / Pub. date	2014, 3

パルスエネルギーを利用した気相合成法によるナノ粒子分散薄膜の形成

東京工業大学大学院 理工学研究科 ○小越康子, 青野祐子, 平田敦

Preparation of nanoparticle dispersive films using pulse vapor depositions

Tokyo Institute of Technology ○Yasuko Kogoshi, Yuko Aono, Atsushi Hirata

A new physical vapor deposition process combined pulse vacuum arc deposition with pulse laser deposition for preparation of nanoparticle dispersive film was proposed. The amorphous carbon(a-C) film was deposited by pulse vacuum arc deposition and nanoparticle was formed by pulse laser deposition in Ar gas flow. Repeating these two depositions alternately in the same chamber, nanoparticle dispersive film was deposited. The deposited film consisting of a-C film and nanoparticle by this process were characterized by electron microscope.

Key words: pulse vapor arc deposition, pulse laser deposition, nanoparticle composite films

1. 緒言

粒子分散薄膜とは母相薄膜中に微小な粒子を複合させた薄膜で、導電性や磁性など母相材料が本来有していない新しい特性を有し、多機能な薄膜材料を実現することが可能である。また、粒子分散薄膜では膜の構造によって機械的特性が変化するため、複合させる粒子の粒径等を制御することで、要求される機械的特性に近づけることができる⁽¹⁾。

これまでに種々の粒子分散薄膜の成膜プロセスが報告されており、気相合成法では多くがスパッタリング法を用いている⁽²⁾。しかし、ナノ粒子を複合させる場合、粒径等を制御するためには、蒸着量をパルスで制御できるパルス真空アーク蒸着法やパルスレーザー蒸着法が成膜法として有望である。

本研究では、パルス真空アーク蒸着法とパルスレーザー蒸着法を組み合わせたナノ粒子分散薄膜の成膜法を提案し、これにより得られた薄膜の構造について検討した。ナノ粒子分散薄膜の母相として、機械的特性や化学的特性に優れたアモルファスカーボン(a-C)を選択し、複合粒子にはアルミニウムを用いた。

前報でパルス真空アーク蒸着による a-C の成膜は、複合する粒子への影響が少なく、母相の成膜に適していることを明らかにした⁽³⁾。そこで本報では、パルス真空アーク蒸着法で a-C を成膜し、Ar ガス中でパルスレーザー蒸着法を行うことにより、ナノ粒子を生成した。それぞれの膜と粒子について、ナノ粒子分散薄膜に適した成膜条件、粒子形成条件について検討した。そして両蒸着を同一チャンバ内で、交互に行い、ナノ粒子分散薄膜形成を試みた。

2. 実験手法

真空チャンバの中心に回転する基板ホルダーを設置し、図 1

のように一つのガラスポートからは、Nd:YAG レーザを導入し、基板と対向するターゲットに焦点を合わせた。また、別のポートにパルス真空アーク蒸着装置を設置し、パルスレーザー蒸着とパルス真空アーク蒸着が同一チャンバ内で行えるようにした。

基板にはシリコンを用い 10mm 角に切断して使用した。パルス真空アーク蒸着のカソードにはグラファイトを、パルスレーザー蒸着のターゲットにはアルミニウムを用いた。それぞれの実験条件は表 1、表 2 のとおりである。成膜した a-C 膜と、形成した Al ナノ粒子を、電子顕微鏡で観察し、ナノ粒子分散薄膜に適した成膜条件、粒子形成条件について検討した。そして両蒸着を同一チャンバ内で、交互に 6 回繰り返し、ナノ粒子分散薄膜形成を試み、パルスエネルギーを利用した気相合成法について評価した。

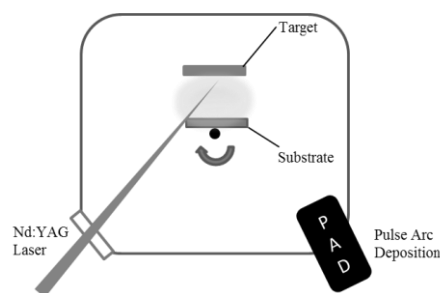


Fig. 1 Overview of experimental system

Table 1 Conditions of pulse vacuum arc deposition

Cathode	Graphite
Arc discharge voltage	100 V
Capacitance	720 μF
Number of discharge	250shot, 500shot
Trigger discharge frequency	1 Hz
Target-substrate distance	8 5mm

Table 2 Conditions of pulse laser deposition

Laser source	Nd:YAG
Wave length	532nm
Pulse width	9ns
Spot diameter	18.8 μ m
Repetition frequency	10Hz
Gas condition	Ar (100Pa, 200Pa)
Target	Al
Fluence	0.14kJ/cm ² , 1.4kJ/cm ²
Shot number	50shot, 500shot, 5000shot

3. 実験結果および考察

3.1 a-Cの成膜条件

表1の条件のパルス真空アーク蒸着で500回の放電と、表2の条件のパルスレーザー蒸着で50の照射を、交互に6回繰り返して薄膜を生成した。透過型電子顕微鏡観察により、ほぼ均一な膜厚約30nmのa-C層が6層できていることがわかった。よって、表1のパルス真空アーク蒸着の成膜レートは6nm/100shotであることがわかった。

3.2 Al粒子の形成条件

パルスレーザー蒸着で出力、照射回数(ショット数)、ガス圧力を変えて蒸着した基板の走査型電子顕微鏡観察写真を図4(a)~(e)に示す。出力が0.14kJ/cm²、ショット数500で蒸着した基板では、ほぼ粒子が観察できない。一方、それ以外の条件では粒径数十nmの粒子の形成が確認される。

形成される粒子数について、(a),(b)から、出力を高くすると増加することがわかる。また(a),(c)から、ショット数を増やした場合も形成される粒子数が増加することがわかる。出力が1.4kJ/cm²の条件(a),(c),(d)では、ナノ粒子以外にも多くのマイクロ粒子が観察されるが、出力が0.14kJ/cm²の条件(b),(e)ではマイクロ粒子はほとんど観察されない。

粒径については、(c),(d)や(e)の結果から、圧力を高くすると、100nm以上の粒子の数が減少し、粒径数十nm程度のナノ粒子の数が増加していることがわかる。これはチャンバ内のガス圧力が高くなったことにより、クエンチング効果が高まって微小粒子が多く生成され、さらに大きい粒子が基板まで到達するのを防いだためと考えられる。

3.3 複合薄膜の作製

粒径数十nmの粒子を分散させるために、ここでは上述の結果からa-Cを表1の条件で250回放電後、アルミニウム粒子を100,200Paの圧力下(条件(c),(e))で形成するプロセスを6回繰り返した。その結果約90nmの薄膜が成膜された。作製した薄膜の光学顕微鏡観察写真を図4(c),(e)に示す。

(c)の条件では、膜の剥離がみられる。これはアルミニウム粒子成膜中の圧力が低いために、分散させた粒子の粒径が大

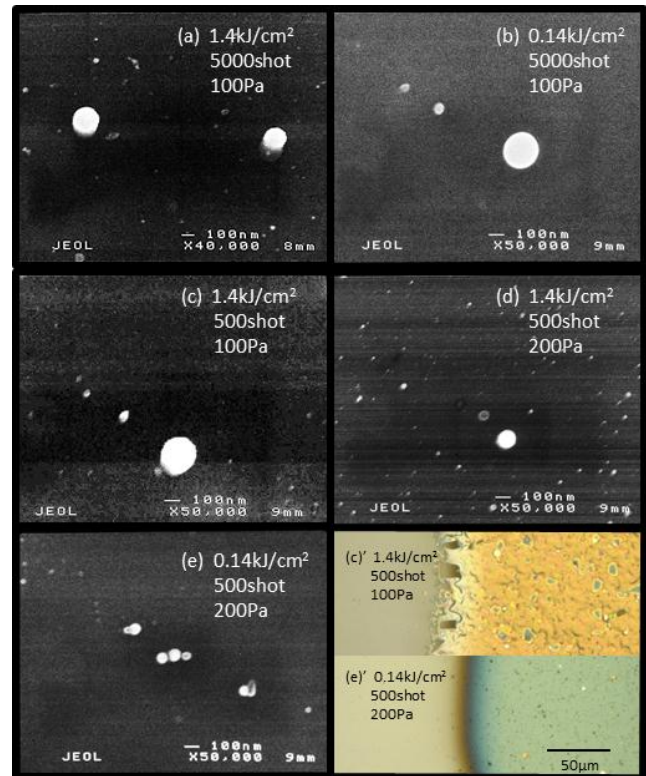


Fig.2 FE-SEM image of (a) 1.4kJ/cm², 5000shot, 100Pa, (b) 0.14kJ/cm², 5000shot, 100Pa, (c) 1.4kJ/cm², 500shot, 100Pa, (d) 1.4kJ/cm², 500shot, 200Pa (e) 0.14kJ/cm², 500shot, 200Pa, and pictures of a-C/Al film, pulse laser deposition condition of (c)' is same as (c), and (e)' is same as (e).

きかったためだと考えられる。一方、(e)の条件では剥離は見られず良好な膜が得られている。今後、粒子の複合状態や、膜の機械特性について、詳細な分析が必要である。

4. 結言

- (1)パルス真空アーク蒸着法、パルスレーザー蒸着法の適切な条件について検討した。
- (2)粒子複合薄膜の形成を試み、蒸着条件について検討した。

参考文献

- 1)J. Musil, P. Zeman, H.Hruby : ZrN/Cu nanocomposite film a novel superhard material : Surface and Coatings Technology 120-121, November1999, 179-183
- 2)Paul H. Mayrhofer, Christian Mitterer, Lars Hultman, Helmut Clemens : Microstructural design of hard coatings : Progress in Materials Science 51(2006) 1032-1114
- 3)小越康子, Salee Atsawin, 青野祐子, 平田敦 : 蛍光ナノ粒子分散膜の母相としてのアモルファスカーボンの評価 : 精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(2013) 901-902