

## (5) 真空を応用した光機能材料の薄膜プロセスに関する研究（平成 21 年度～平成 23 年度）

### 研究のねらい

真空技術はエレクトロニクス分野の製造プロセスにおいて重要な技術として知られ、例えば半導体材料の微細加工や電極の形成には、真空を利用したプラズマプロセスが応用されている。また、光機能材料は応用範囲が広く、青色発光ダイオードなどにも使用されており、将来的にも重要な材料として位置づけられている。

函館地域においては、真空技術を用いて製品を製造している電子部品メーカーや真空応用機器を製造・販売する装置関連企業があることから、真空技術に関する研究は重要と考えられる。

本研究では、酸化物を研究対象として光学的特性を詳細に調査し、新たな光機能を見出すことにより、さらなる応用の可能性を検討する。次に、真空技術を利用し、光機能材料の薄膜プロセスに関する研究開発を行う。薄膜の結晶構造、組成、光学的特性を評価することで、薄膜プロセスの最適化を図る。将来は地元企業との共同研究や技術支援へ展開してゆく。

### 研究の方法

本年度は、次のことについて実験・検討を実施した。

- 1) 複合酸化物のマイクロ観察
- 2) 複合酸化物のカソードルミネッセンス特性

### 研究成果の概要

- 1) 複合酸化物のマイクロ観察

最初に、光機能材料の候補として、カルシウム、マグネシウム、亜鉛、アルミニウム、クロム等を成分とした複合酸化物（例えばアルミン酸マグネシウム）を選択し、純度 99%以上の粉末サンプルを入手した。走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、粉末サンプルのマイクロ観察を行った。観察時の電子線の加速電圧は 10kV、観察倍率は 350～5000 倍とした。マイクロ観察により、粒径 1  $\mu\text{m}$  程度の粉体が観察された。また、エネルギー分散 X 線分光分析法を用いてサンプルを組成分析したところ、例えばアルミン酸亜鉛については、 $\text{Zn} : \text{Al} : \text{O} = 1.30 : 2.00 : 3.70$  となり、化学量論的組成に近いことが分かった。

- 2) 複合酸化物のカソードルミネッセンス特性

複合酸化物の発光特性を評価するため、カソードルミネッセンス（CL）測定を行った。粉末サンプルを試料ステージに固定し、真空中で電子線を照射して発光の有無を調査した。ケイ酸亜鉛、アルミン酸亜鉛、アルミン酸マグネシウムからは強い発光が観測された。一方、アルミン酸バリウム、アルミン酸カルシウムの発光は弱かった。一般的にアルミン酸バリウムは蛍光体材料として知られていることから、本来は強く発光すると思われる。本研究においてアルミン酸バリウムの発光が弱かった原因としては、不純物による消光や試料の結晶性が低いことが考えられる。また、クロム酸亜鉛、亜鉛フェライト、マグネシウムフェライトについては、ほとんど発光しないことも分かった。

電子線の加速電圧を 5kV、照射電流密度を 0.1nA/mm<sup>2</sup>、照射範囲を 400×500  $\mu\text{m}$  とし、フォトンカウンティングモードで CL スペクトル測定を行った。測定波長は 200～800nm とし、1 ステップあたりのスキャン波長は 1nm、1 ステップの計測時間は 2s とした。分光には紫外用グレーティングと紫外・可視用グレーティングの 2 種類を使用した。CL 測定の結果、ケイ酸亜鉛では、382nm に強い発光ピークが見られた。アルミン酸亜鉛については、波長 260nm、514nm、700nm にピークを持つ 3 本の強い発光が測定された。アルミン酸マグネシウムでは、ピーク波長が 255nm、362nm、514nm、689nm の CL スペクトルが観測された。これらの発光ピークの起源は不明であるが、紫外線領域での発光を利用することで、紫外用蛍光体の開発が期待できる。今後、紫外発光材料への応用を目指し、複合酸化物の薄膜プロセス技術について研究する予定である。

担当者 菅原智明、高村 巧、田谷嘉浩、小西靖之