

(5) スパッタ成膜技術に関する研究

(令和3年度～令和5年度)

1. 研究のねらい

薄膜応用分野においてスパッタ法は、金属、酸化物、窒化物といった薄膜の形成が可能で、例えば、機械金属の耐摩耗性や防食性を高めるための表面処理に使用されている。スパッタ法の原理は、装置内でアルゴンガスをイオン化し、原料のターゲットにアルゴンイオンを衝突させ、スパッタ現象を利用して薄膜製造・表面処理を行うものである。スパッタ法には、基板と密着性のよい薄膜が作製できるという特徴がある。函館地域には、このようなスパッタ装置を設計・販売する真空メーカーがあり、当センターでは平成28年度JKA補助事業により、地元メーカーの卓上型スパッタ装置を導入した。本研究では、地元企業が開発した卓上スパッタ装置を用い、薄膜作製条件について調査・検討を行う。本研究で得られた研究成果を広くPRすると同時に、地元企業の装置を用いた電子部品、光学部品、機械部品への応用を図る。こうした取り組みは、地域の電子部品及び光学部品を製造する企業をはじめとし、広くものづくり系企業への技術的支援に繋がり、当地域のものづくり産業にとって重要な研究テーマと考えている。

2. 研究の方法

(1) アルミニウムを添加した酸化亜鉛スパッタ薄膜の作製条件について検討した。

3. 研究成果の概要

本研究では、アルミニウムを1wt%添加した亜鉛金属（純度99.99%）を成膜用ターゲットとして用いた。スパッタガスには、アルゴンガスに酸素ガスを10%混合したものをを用い、アルミニウム（Al）添加酸化亜鉛薄膜をガラス基板に作製した。スパッタ装置内を 7×10^{-4} Paまで真空引きした後、スパッタガスを装置内に導入し、1.2～2.0 Paに圧力を一定にして、高周波（RF）電力50 Wを加えプラズマを発生させ、プリスパッタを5 min行った後、50 minスパッタ成膜した。今回の実験では、1.2Pa、1.3Pa、1.5Pa、2.0Paのスパッタガス圧力でAl添加酸化亜鉛薄膜を作製し評価した。膜厚については、触針式表面形状測定器を用いて測定した。その結果、スパッタガス圧力が低くなるとともに、膜厚が増加する傾向が見られ、1.2Paのとき成膜速度は約10.8 nm/minと測定された。次に、成膜した試料がAl添加酸化亜鉛（ZnO:Al）であることを確認するため、走査電子顕微鏡（SEM）を用い、エネルギー分散X線分光（EDS）分析を行って、膜の組成を分析した。なお、分析時の電子線加速電圧は5 kVとし、基板に由来する元素は検出されないようにした。EDSスペクトルから、亜鉛とアルミニウム、酸素の原子濃度を求めた結果、4種類の試料について、ZnとAlを加えた濃度と、酸素濃度との比はほぼ1:1となることから、化学量論的組成と考えられる。

ZnO:Al 膜の構造を評価するため、X 線回折 (XRD) 測定を行った。その結果、スパッタガス圧力による違いは少なく、試料は全てウルツ鉱構造で (002) 配向した ZnO 薄膜あることが分かった。一方、(002) 回折線の半値幅は 0.27~0.39 度であった。昨年度までの実験結果から、無添加の ZnO 膜の半値幅が 0.17~0.21 度と狭いことから、Al が添加されて膜の結晶性に影響を及ぼしたものと考えられる。膜の電気的特性を調べた結果、スパッタガス圧力 1.2Pa と 1.3Pa で成膜したとき、導電性薄膜が得られることが分かった。光学的特性については、紫外・可視分光分析装置を用いて透過率を測定した。その結果、スパッタガス圧力に関係なく全ての試料において、波長 380~780 nm の可視光透過率は 80%以上となり、良好な透明性を示した。電界放射型走査電子顕微鏡 (FESEM) を用いて、薄膜表面の微細構造観察を行った。スパッタガス圧力 1.5Pa や 2.0Pa の試料に比べ、1.2Pa と 1.3Pa の方が、結晶成長が促進され結晶粒子サイズが大きくなった。スパッタガス圧力 1.2Pa と 1.3Pa のとき、良質な結晶が成長して Al が ZnO に固溶し、導電性が生じたものと考えられる。

担当者 菅原智明、高橋志郎、田谷嘉浩