

北海道大学工学部 ○原 靖彦 原 聡 柴田隆行 高橋義美 牧野英司 池田正幸

1. はじめに

近年、構成部品に対する耐熱性、耐腐食性、耐摩耗性などの要求が厳しくなっている。このため、単一素材だけでは対応しきれず、各種のPVD、CVD法によるセラミックコーティング技術が開発され、実用化されている。本研究ではCO₂レーザーを蒸発熱源とするレーザーPVD法により、各種のセラミック薄膜の形成実験を行った。そして得られた蒸着膜の形状を観察することによって、均質で緻密な薄膜が形成される条件を検討した。さらにターゲット材料の融点と熱伝導率が膜質と蒸着速度に与える影響を考察した。

2. 実験装置および方法

実験装置の概略を図1に示す。CO₂レーザー光(連続発振、マルチモード)は全反射鏡によって伝送され、KCI窓を通して、真空チャンバ内に導入された。入射したレーザー光を凹面鏡(焦点距離130mm)により集光して、低速で回転するリング状のターゲットへ接線方向から照射した。急激な温度上昇による熱的破壊を防ぐために、ターゲットをあらかじめヒータによって500~600℃に予熱した。基板には単結晶のSiを用い、ヒータによって550℃に加熱保持した。ターゲットと基板との距離は50mmに設定した。

真空チャンバ内を約 3×10^{-5} torrまで排気し、基板およびターゲットを設定温度に加熱保持した後、レーザー光をターゲットに照射した。出力を徐々に増加させ目的の出力になったとき、ターゲットと基板との間のシャッタを開いて基板への蒸着を開始した。その際、ターゲットの蒸発に伴うチャンバ内の圧力変化を電離真空計で観測した。

使用した蒸発用セラミックターゲットの種類とそれぞれの物性値(融点、熱伝導率)を表1に示す。

3. 結果および考察

3.1 膜の外観

図2(a)~(e)は形成された各種セラミック薄膜のSEM写真である。

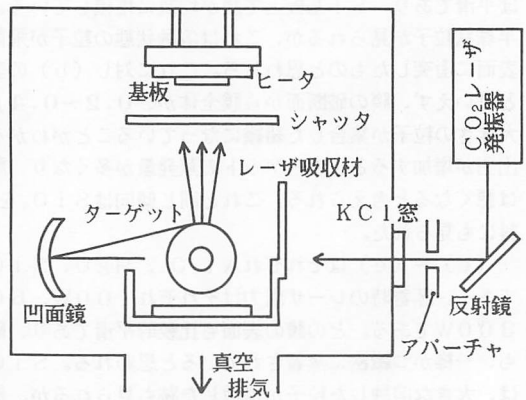
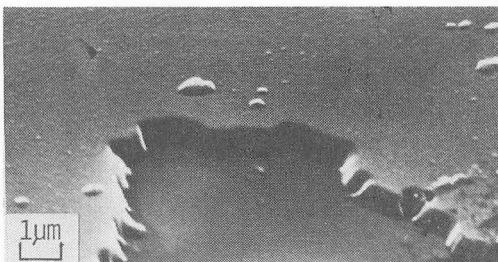


図1. 実験装置概略図

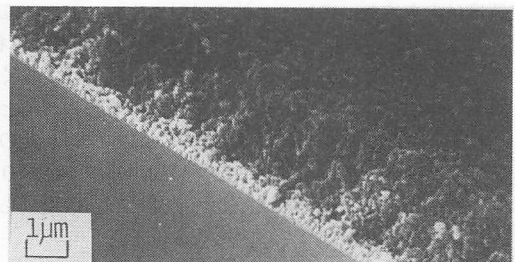
表1. ターゲット材料の熱物性値

ターゲット	融点(℃)	熱伝導率(W/m・℃)
MgO	2800	29.5 (100℃)
Al ₂ O ₃	2030	24.8 (")
3Al ₂ O ₃ ・2SiO ₂ ※	1810	4.7 (")
SiO ₂	1710	1.4 (")

※ ムライト



(a) ムライト;レーザー出力100W



(b) ムライト;レーザー出力400W

図2. 蒸着膜のSEM写真

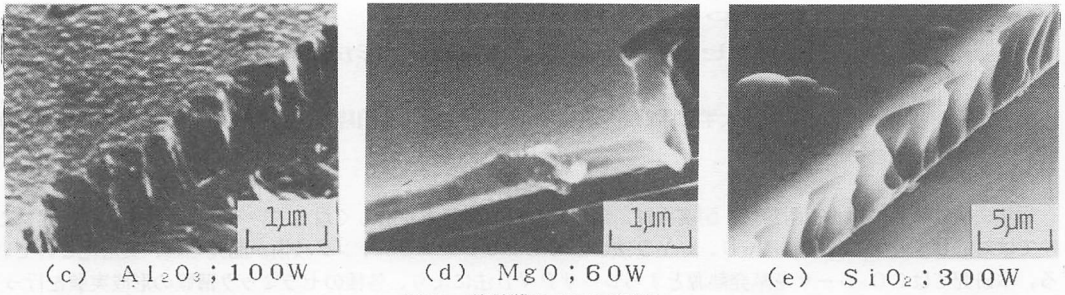


図2. 蒸着膜のSEM写真

(a) はレーザー出力100W、蒸着時間60分、(b) は400W、5分で蒸着したムライト膜である。(a) の表面はほぼ平滑であり、Si 基板上で膜が均質に堆積している。いくつか半球状粒子が見られるが、これは熔融状態の粒子が飛散して、膜表面に衝突したものである。これに対し(b) の表面は平滑とはいえず、膜の破断面から膜全体が、0.2~0.4 μm程度の大きさの粒子が集合した組織になっていることがわかる。レーザー出力が増加すると、ターゲットの蒸発量が多くなり、膜の緻密性は悪くなると考えられる。これと同じ傾向はSiO₂を除く他の材料にも見られた。

(c) ~ (e) はそれぞれAl₂O₃、MgO、SiO₂の形成膜である。蒸着時のレーザー出力はそれぞれ100W、60W、300Wである。どの膜の表面も比較的平滑であり、破断面からも、一様かつ緻密に蒸着されていると思われる。SiO₂膜の表面は、大きな熔融した粒子が飛散した跡も見られるが、他の材料に比べ、最も平滑である。破断面では脆性材料特有の貝殻状破面が観察され、非晶質構造になっていると考えられる。

3.2 膜の蒸着速度

SiO₂を蒸着させたときのレーザー出力と膜の蒸着速度との関係を図3に示す。レーザー出力が増加するにつれて、蒸着速度はほぼ直線的に増大している。他のターゲット材料においても、同じ様な傾向がみとめられた。

3.3 ターゲット材料の蒸着速度および膜形状への影響

レーザー出力60Wにおけるターゲット材料と蒸着速度との関係を図4に示す。融点が低く、かつ熱伝導率の小さい材料ほど蒸着速度は大きくなっている。他の材料に比べ、熱伝導率が最も小さいSiO₂膜の蒸着速度は最も大きい。

SiO₂膜ではレーザー出力の増加による蒸着膜の形状への影響は観察されなかった。しかし他の薄膜ではレーザー出力の増加にともない、膜表面上の凹凸がはげしくなり、蒸着膜の構成粒子が大きくなった。SiO₂の融点、熱伝導率はともに低いため、レーザー光が照射されるとターゲット外周表面は瞬時に熔融・蒸発するので、加熱領域は狭く溶融物はほとんど生じない。これに対し他の材料では、ターゲット上に同一パワー密度のレーザー光を照射すると、熱伝導率が高いため加熱領域が広がり、一応熔融状態になってから蒸発すると考えられる。したがってレーザー出力が増加すると、いっそう溶融領域も広くなり、溶融物が沸騰して大きい溶融粒子が飛散するために膜の緻密性が悪くなると推察される。

4. おわりに

レーザー出力でターゲットの蒸発量を制御することにより、均質で緻密なセラミック薄膜を形成することができた。また、ターゲット材料の融点が低く、熱伝導率が小さいほど蒸着速度は大きくなることがわかった。

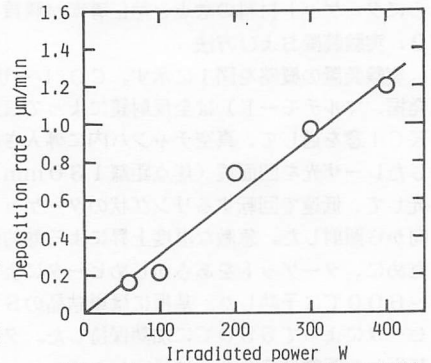


図3. レーザ出力と蒸着速度との関係

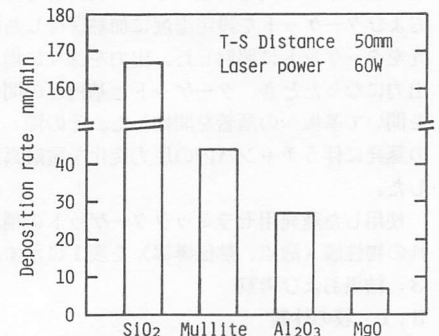


図4. ターゲット材料と蒸着速度との関係