

ナノレベルの粒子破碎でセラミックス膜の常温形成に成功！

究極のセラミックスプロセス、スーパーセラミックスの実現を目指して

産総研では、エアロゾルデポジション法(AD法)を利用して、サブミクロン粒径の α -アルミナ微粒子を基材に吹き付け、焼結することなく常温で金属基板上に固化させ、バルク焼結体と等しい電気機械特性を持つセラミックス厚膜を形成することに成功した。また、この様な常温固化によるセラミックス厚膜の形成は、 α -アルミナ微粒子が基材に吹き付けられた衝突時の温度上昇による表面熔融ではなく、粒子の破碎現象による微結晶粒子の変形と新生面形成による表面活性化が支配的である事を明らかにした。従来必要とされてきた1000℃以上の焼結工程が必要なく、微小デバイスの高性能化や窯業プロセスの飛躍的な省エネルギー効果が期待できる革新的なセラミックスプロセスである。

研究の背景

一般にセラミックス材料は1000℃以上で焼き固める(焼結)のが常識であり、この時大きな焼き縮みも生じる。このため融点が高い金属やガラス、プラスチックとの複合化、集積化が困難で、セラミックス電子部品の高性能化や構造部品の軽量化の大きな課題となっていた。これまでもエネルギー消費の低減や、金属、ガラス材料などとの集積化による新しい機能部品の実現に、この焼き固める温度(焼結温度)を下げる試みが様々な研究者の間で検討されている。

焼結温度を下げるには、1000℃以下の温度で熔融結合を促進する材料(焼結助剤)をセラミックス原料に添加したり、セラミックス原料粒子径をナノオーダーまで微細化することが検討されてきたが、一般に焼結温度の低減は、900℃程度が限界であった。また、多くの場合これらの低温で焼結した低温焼結体の特性は従来の高温で焼結した焼結体に比べ密度は低く、機械的に脆い、絶縁性が低い、耐蝕性が悪いなど、その電気的、機械的、化学的特性は劣っていた。

エアロゾルデポジション

エアロゾルデポジション法は、微粒子、超微粒子原料をガスと混合してエアロゾル化し、ノズルを通して基板に噴射して被膜を形成する技術である。図1は、成膜装置の基本構成である。この装置は、細い搬送

チューブで接続されたエアロゾル化チャンバーと成膜チャンバーから構成され、成膜チャンバーは真空ポンプで50～1kPa前後に減圧される。原料であるドライな微粒子、超微粒子材料は、エアロゾル化チャンバー内でガスと攪拌・混合してエアロゾル化され、両チャンバーの圧力差により生じるガスの流れにより成膜チャンバーに搬送、スリット状のノズルを通して加速され基板に噴射される。原料微粒子には、通常、機械的に粉碎した粒径0.08～2 μ m程度のセラミックス粉末を用いる。ガス搬送された超微粒子は、減圧されたチャンバー内の微小開口のノズルを通すことで数百m/secまで容易に加速される。成膜速度や成膜体の密

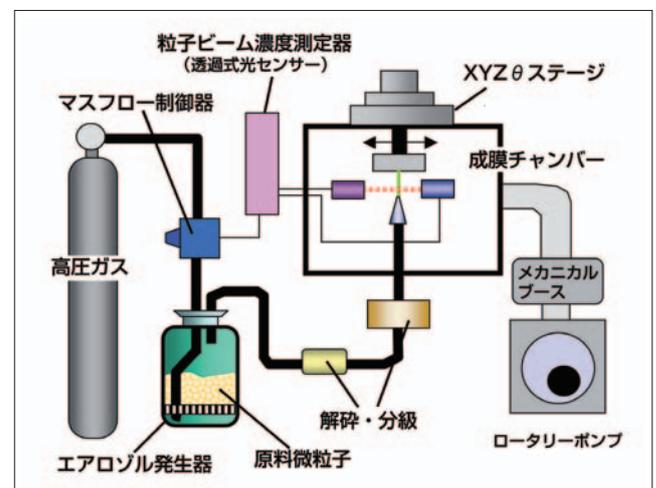


図1 エアロゾルデポジション (AD) 装置の構成

度は、使用するセラミックス微粒子の粒径や凝集状態、乾燥状態などに大きく依存するため、エアロゾル化室と成膜チャンバーの間に凝集粒子の解砕器や分級装置を導入し、高品位な粒子流を実現している。

セラミックス微粒子を常温で固める

先進製造プロセス研究部門では、このAD法を利用した微粒子衝突によるセラミックス材料のコーティング技術に関する研究を、5年前の旧工業技術院 機械技術研究所の時代から検討してきた経緯がある。このとき圧電セラミックス(PZT)材料で金属、ガラス、シリコン基板上に緻密かつ高透明、高密着力の膜が形成できることを見出し、「常温衝撃固化現象」と名づけていた。

今回の研究では、高分解能透過型電子顕微鏡(HR-TEM)による膜の微構造解析、微粒子衝突の計算機シミュレーション、製膜効率の評価や原料粒子の圧縮破壊強度測定などを実施し、AD法のメカニズムを検討した。その結果、サブミクロン粒径の原料粒子(α -アルミナ微粒子)は、基板上に吹き付けられ衝突した時、温度上昇による表面熔融を殆ど経ないで、10~30nm前後の微結晶粒子に破碎・変形されることで、緻密なナノ結晶組織(図2, 3)のセラミックス厚膜が形成されること、また、破碎時に形成された新生面形成による活性効果が粒子間結合に対し支配的に働くことをつきとめた。また、この様なAD法を利用したセラミックス微粒子の常温固化による膜形成(常温衝撃固化現象)は、限られたセラミックス材料だけで生じるものでなく、セラミックス回路基板材として注目されている窒化アルミや超伝導材料でもある二硼化マグネシウムなど、

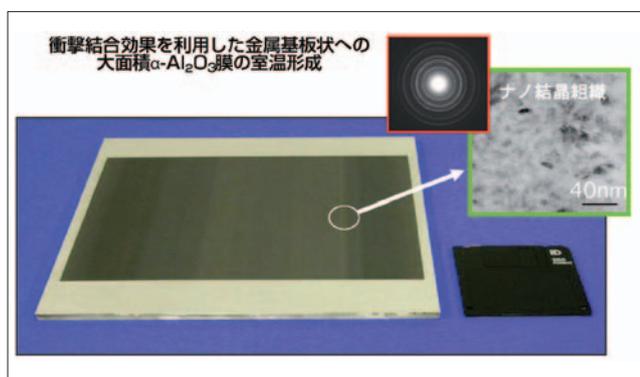


図2 エアロゾルデポジション(AD)法により金属基板上に常温(室温)形成された α -アルミナ(Al_2O_3)厚膜とその結晶組織

右上のリング状のパターンは、形成された膜の電子線回折像で、膜が周期的な結晶構造をもっている場合に現れる。膜がアモルファス(非結晶質)で無いことの証明。

窒化物、硼化物などの非酸化物系セラミックス材料でも生じる普遍的な現象であることを明らかにした。

高硬度、高耐圧アルミナ膜の実現と実用化への試み

そこで、上記製膜モデルに基づいて原料粒子の凝集を抑え、純度、圧縮破壊特性、製膜条件を検討し、高温(1300°C以上)でしか焼結できない99.9%純度の α -アルミナ微粒子を焼結助剤や有機バインダー(結合剤)など一切の添加剤を用いず、世界で初めて常温で固化することに成功した。ビッカース硬度:1500~2200Hv、ヤング率:300~350GPa、体積抵抗率: $1.5 \times 10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ 、誘電率(ϵ):9.8が実現されており、常温プロセスでバルク焼結体に等しい電気機械特性が得られている。また、このセラミックス厚膜の絶縁破壊強さは、150~300kV/mm以上とバルク焼結体を一桁上回り、プラズマ耐蝕性もバルク体より優れる。さらに、ポア(気孔)がなく簡単な研磨を行なうと数nmレベルの平滑性も得られ、200mm四方の面積への均一な製膜(図2)にも成功している。共同研究先である東陶機器(株)(TOTO)では、この成果の具体的な応用例として静電チャックの実用化、製品化を予定している。静電チャックは半導体製造装置などに用いられる試料台で、(図3)に示すように静電気力でシリコンウエハなどを吸着、固定する道具である。本開発ではAD法により金属ジャケット上に直接形成された高耐圧のアルミナ薄膜を用いることで大幅な性能向上が実現でき、液晶パネルなどのガラス材に対しても十分な吸着力が得られるようになった。

電子デバイスへの応用と国家プロジェクトとしての取組

本プロセスは焼結せずに緻密なセラミックス部品が作れるため、焼き縮みなどの問題がなく、金属部材やガラス材料と高精度な集積、一体化が容易になり、様々な分野への応用展開に結びつくと考えられる。例えば、IT・情報関連デバイスでは、高周波、高機能化への要求から絶縁材料や高周波誘電体材料、電気光学材料などを使ったセラミックス電子部品と回路基板との一体、集積化、部品点数の削減などが強く求められており、本プロセスでこれらを実現できれば携帯電話やパソコン、光通信などの高速化、小型化、低コスト化に繋がると期待される。また、現在、研究開発が活発なMEMS(微小電気機械システム)などの分野で、プロセス温度の低減により、圧電セラミックスなど機能性酸化物材料を既存の半導体

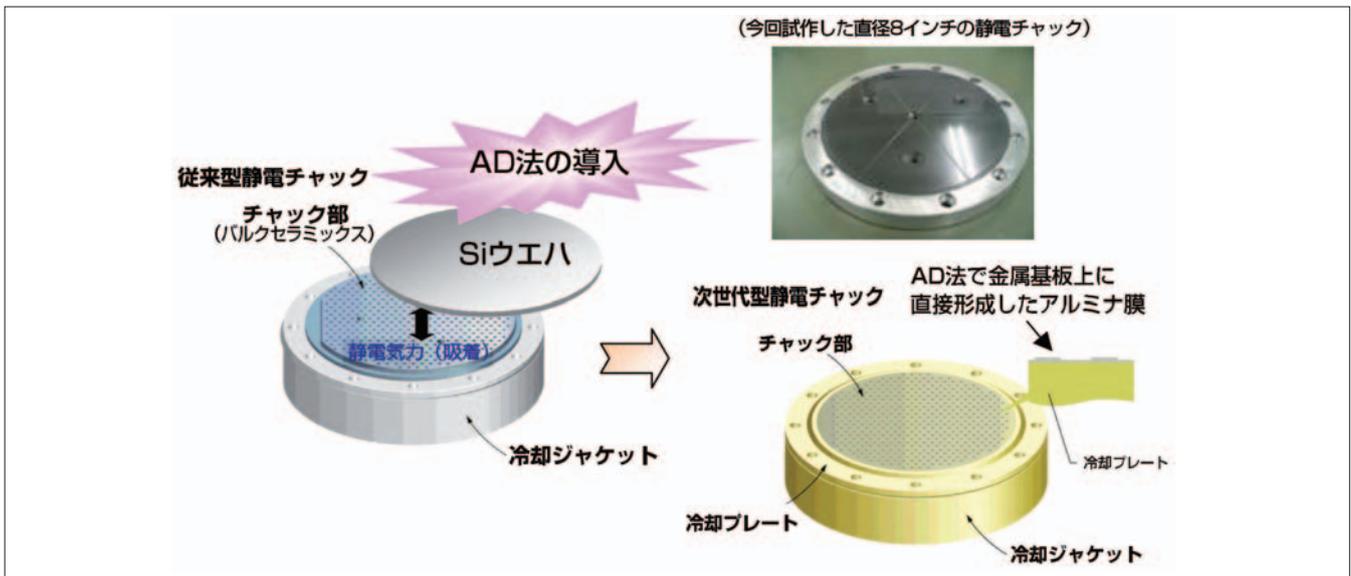


図3 AD法の導入による静電チャックの高性能化(東陶機器(株))

バルクセラミックス材のチャック部(絶縁層)をAD法によりセラミックス薄膜に置換え、吸着特性や放熱性を大幅に向上した。

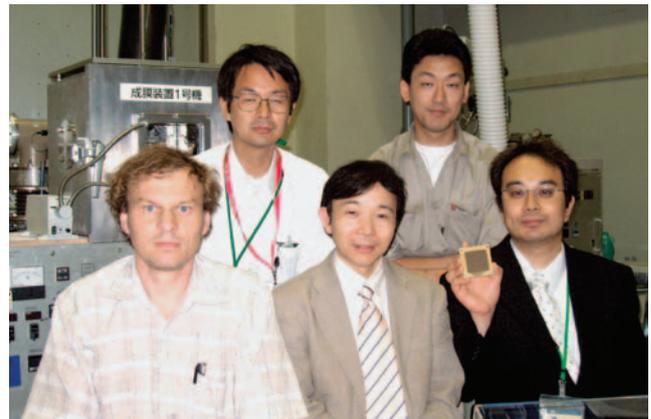
微細加工(Si微細加工)プロセスに導入できれば、大幅な機能向上が図れ実用化に弾みをつけると考えられる。実際のデバイス事例では、圧電駆動の共振型高速マイクロ光スキャナーをブラザー工業(株)と共同開発した。このような光スキャナーは、レーザーディスプレイや網膜投影型ディスプレイなど次世代表示デバイスのキーコンポーネントとして期待されている。AD法により従来MEMSプロセスでSiスキャナー構造上にPZT圧電厚膜を形成、大気中駆動で、既報告の性能を上回る良好なスキャナー特性(共振周波数30kHz以上、振角20°以上のミラー歪のない大振幅、高速動作)が得られている。

このような電子セラミックス分野への応用展開、デバイス化は、現在進行中の(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構のナノテクノロジープログラム/ナノ加工・計測技術「ナノレベル電子セラミックス材料低温成形・集積化技術」プロジェクトの中で産業技術総合研究所に集中研究体制を置き、4大学(東京工業大学、豊橋技術科学大学、大阪大学、東北大学)、6民間企業(東陶機器(株)、ブラザー工業(株)、富士通(株)、日本電気(株)、NECトーキン(株)、SONY(株))とともに推進されている。

今後の技術展望

この他、AD法では、従来技術をはるかにしのぐ密着性と緻密性、平滑性が得られるため、耐摩耗性コーティング法として、機械、航空、エネルギー関連分野に、また、生体適合性セラミックス材料の金属部材上へのコーティングを通して、耐久性の高い人工関節や生体インプラントの開発など医療関連分野などに結びつく可能性もある。

今後も当研究部門では、民間企業とともに鋭意研究開発を進め、窯業プロセスにおける高効率化、高機能化に貢献したいと考えている。



先進製造プロセス研究部門 集積加工研究グループ 中野禪 主任研究員(上段左)、森正和 特別研究員(上段右)、マキシム・レベデフ 特別研究員(下段左)、明渡純 研究グループ長(下段中央)、馬場創 研究員(下段右)

◆関連情報

- ・「ナノレベル電子セラミックス材料低温成形・集積化技術」プロジェクト
<http://www.mstc.or.jp/nano/nanopanf.pdf>
<http://www.nedo.go.jp/sangishitsu/project/pro01/index.html>
- ・プレス発表,平成16年5月20日
http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2004/pr20040520/pr20040520.html

●問い合わせ

独立行政法人 産業技術総合研究所
 先進製造プロセス研究部門
 集積加工研究グループ 研究グループ長 明渡 純

E-mail : akedo-j@aist.go.jp
 〒 305-8564
 茨城県つくば市並木 1-2-1 つくば東