

ミスト CVD 法における金属化合物と反応場雰囲気の影響

Effect of metal compounds and reaction site atmosphere in mist CVD

高知工大院知能機械シス工¹, 総研² ○(M1)坂本 雅仁¹, 川原村 敏幸^{1,2}

Kochi Univ. of Technol, Intelligent Mech. Sys. Eng.¹, Res. Inst.² ○Masahito Sakamoto¹, Toshiyuki Kawaharamura^{1,2}

E-mail: 215006w@gs.kochi-tech.ac.jp, kawaharamura.toshiyuki@kochi-tech.ac.jp

1. 背景

近年、注目されている大気圧下で機能性薄膜を得る手法の一つにミスト CVD 法がある[1]。この手法では、原料をミスト化し反応路内で熱分解反応を起こし薄膜を得ることができる。様々な薄膜を成膜することが可能であり、単純な成膜プロセスのため自由度の高い成膜方法としても注目されている[2-4]。この成膜方法の原料は主に粉末状の金属化合物であるため、溶媒に溶かしミスト化させ熱分解反応を生じさせている。中には、成膜することができない金属化合物も存在する。また、金属化合物の酸化温度よりも低温で酸化物を得ることができる原料も存在する。これらの原因は明らかにされていない。そこで原因を解明すべく、金属化合物と水蒸気の反応を高温化で生じさせ、水蒸気を与える影響を調査した。

2. 実験方法

金属化合物と水蒸気の反応を観察するために TG-DTA(Thermal Gravimetric-Differential Thermal Analyzer)測定を行った。水蒸気導入方法は超音波振動発生装置を用いて溶液をミスト化し、焼成炉内に導入した。溶液による変化を観察するために超純水(H₂O)を用いた。金属化合物はGa(acac)₃を用いた。昇温速度は10 °C/minとした。水蒸気導入量の調整は焼成炉内導入流量(Air)により調整した。実験条件を表1に示す。また焼成炉図を図1に示す。

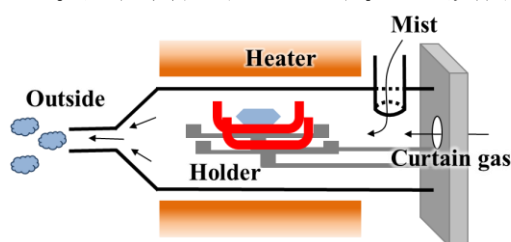


図1 焼成炉内イメージ図

表1 実験条件

Solute	Ga(acac) ₃
Heating rate(°C/min)	10
Temperature range(°C)	RT – 600
Gas	Air
Mist	H ₂ O
Flow rate(ml/min)	100 – 250 (intervals 50)

3. 結果

実験結果を図2に示す。図2(a)における上に凸な軌跡は、水蒸気がHolderに付着したためである。図2(c)より水蒸気導入量が増加すると金属化合物の酸化温度が低温側に推移することがわかる。ピーク温度を表2に示す。これがミスト CVD 法において、原料の酸化温度よりも低温で酸化物薄膜を得ることができる要因の1つである。また原料によって水蒸気を導入しているにもかかわらず酸化温度が変化しないものや、昇温後の残留物の量が変化しないものなどが存在する。これらのデータと成膜データの詳細、またアンモニア水(NH₃)を用いた実験結果は当日発表する。

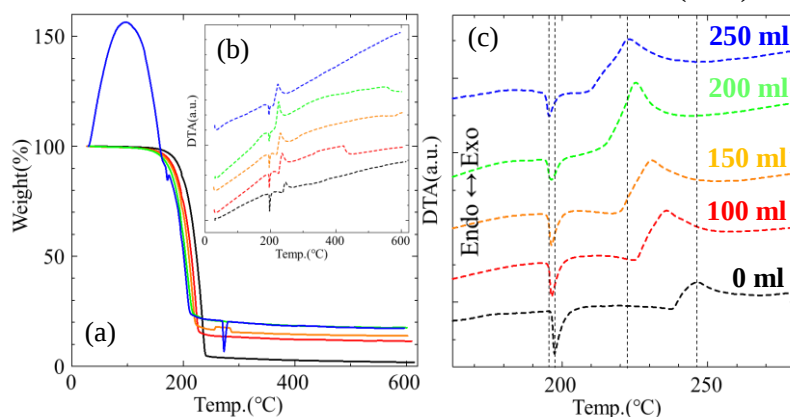


図2 (a)重量変化(b)示差熱変化(c)示差熱変化(拡大図)

表2 ピーク温度

Flow rate (ml/min)	Decomposition (°C)	Oxidation (°C)
250	195.6	222.9
200	196.3	225.1
150	196.3	230.5
100	196.3	235.9
0	197.5	246.2

参考文献

- [1]川原村敏幸, Jpn. J. Appl. Phys., Vol.53 (2014)
- [2] Li Liu et al., Jpn. J. Appl. Phys. Vol.56 (2017)
- [3]佐藤翔太, et al., 第63回応用物理学会春季学術講演会講演予稿集(2016)
- [4]西美咲, et al., 第64回応用物理学会春季学術講演会講演予稿集(2017)